

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini yaitu penelitian Eksperimental, dengan variabel yang digunakan adalah kosentrasi KIO_3 .

3.2 Tempat dan Waktu Pengujian

Penelitian ini dilaksanakan mulai Februari sampai Maret bertempat di Laboratorium Kimia Universitas Ma Chung.

3.3 Populasi Sampel

3.3.1 Populasi

Populasi dari penelitian ini yaitu seluruh garam halus kemasan berlabelkan garam beryodium yang beredar di Pasar Wonokerto Bantur, Kab. Malang.

3.3.2 Sampel

Sampel yang diambil sebanyak 3 merk garam kemasan berlabelkan garam beryodium dengan menggunakan teknik pengambilan sampel purposive sampling dimana teknik pengambilan sampel ini berdasarkan kriteria sampel yang diperlukan yaitu sampel garam halus yang memiliki label garam beryodium dan paling banyak beredar di pasar wonokerto bantur.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker, corong gelas, batang pengaduk, spatula, labu takar, bola hisap, pipet ukur, pipet volume, botol semprot, neraca analitik, tabung reaksi, rak tabung reaksi, Bunsen, kaki tiga, botol gelap, botol vial, pipet tetes, dan smartphone.

3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah aquades, KIO_3 merk pudak, KI, HCl Pekat, Kanji merk rose brand, dan Sampel Garam Dapur merk A, B, C.

3.5 Variabel Penelitian

Variabel penelitian adalah ciri-ciri yang melekat pada subyek yang diteliti dan mempunyai variasi dari hasil pengukurannya. Variabel dalam penelitian ini adalah variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas adalah variabel yang mempengaruhi atau dianggap menentukan variabel terikat, variabel bebas dalam penelitian ini adalah sampel garam beryodium. Sedangkan variabel terikat merupakan variabel yang berubah karena variabel bebas. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar KIO_3 .

3.6 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3.1 Definisi Operasional Variabel

No	Nama Variabel	Definisi	Satuan dan Alat Pengukuran	Skala Pengukuran
1.	Standar warna	Warna yang digunakan sebagai standar untuk deteksi yodium dari sampel garam	Cm/cm (absorbansi) Pencitraan digital dengan aplikasi photoshop CS3	Interval

3.7 Metode Penelitian

3.7.1 Pembuatan Larutan

- Larutan KI 10%

Serbuk KI sebanyak 10 gram ditimbang dan dilarutkan dengan menggunakan aquades, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml. Ditandabatkan dengan aquades dan dikocok hingga homogen.

- Larutan Amilum 1%

Ditimbang kanji sebanyak 5 gram dan dilarutkan kedalam aquades sebanyak 50 ml, kemudian 960 ml aquades dipanaskan hingga mendidih, setelah mendidih dimasukkan larutan kanji kedalamnya dan diaduk hingga homogen.

- Larutan Sampel

Sampel garam dengan merk A, B, dan C ditimbang sebanyak 2 gram dan dilarutkan dengan aquades, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 10 ml. Ditandabatkan dengan aquades dan dikocok hingga homogen.

3.7.2 Komposisi Larutan Test Kit Yodium

Disiapkan masing-masing reagen yang akan digunakan yaitu larutan KI 10% dan Amilum 1%, diambil masing-masing reagen sebanyak 1 ml kemudian ditambahkan dengan HCl pekat sebanyak 1 tetes. Dimasukkan komposisi test kit kedalam tabung reaksi.

3.7.3 Pembuatan Standar Warna

- Pembuatan larutan Induk KIO_3 1000 ppm

Sebanyak 100 mg serbuk KIO_3 ditimbang dan dilarutkan dengan aquades, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml. Ditandabatkan dengan aquades dan dikocok hingga homogen.

- Pembuatan larutan Baku KIO_3 100 ppm

Pipet sebanyak 1 ml larutan induk KIO_3 1000 ppm dan dimasukkan kedalam labu takar 10 ml, kemudian ditandabatkan dengan aquades dan dikocok hingga homogen.

- Pembuatan larutan Standar KIO_3 10-100 ppm

Ambil larutan baku KIO_3 100 ppm masing-masing sebanyak 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 7 ml, 8 ml, 9 ml, 10 ml. Masing-masing larutan yang telah diambil dimasukkan ke dalam labu takar 10 ml dan ditandabatkan dengan aquades. Kemudian larutan dikocok hingga homogen.

- Pembuatan deret warna 0-100 ppm

Ambil masing-masing larutan standar KIO_3 sebanyak 1 ml dan dimasukkan kedalam tabung reaksi yang telah berisi larutan test kit yodium (1 ml KI 10%, 1 ml amilum, dan 1 tetes HCl pekat), diamati perubahan warna yang terjadi dan dilakukan uji linieritas sebanyak 3 kali (triplo).

3.7.4 Uji Linieritas Larutan Test Kit Yodium

Masing-masing larutan standar warna dari masing-masing konsentrasi yang telah ditambahkan reagen tes kit diamati perubahan warna dan dilakkan pengukuran absorbansi pada masing-masing larutan dengan menggunakan Pencitraan Digital. Dalam pencitraan digital digunakan smartphone untuk mendokumentasikan perubahan warna yang dihasilkan pada masing-masing

konsentrasi, pada pengambilan gambar menggunakan smartphone dikondisikan pada jam yang sama, penerangan yang sama. Kemudian hasil dokumentasi dilihat nilai intensitas warna RGB yang diperoleh dengan menggunakan aplikasi Photoshop CS3 dan dihitung absorbansi dari masing-masing konsentrasi. Kemudian dihitung persamaan linier serta LOD dan LOQ.

3.7.5 Uji Presisi Larutan Test Kit Yodium

Diukur absorbansi dari larutan standar warna konsentrasi 30 ppm yang telah ditambahkan reagen tes kit dengan menggunakan Pencitraan Digital. Dalam pencitraan digital digunakan smartphone untuk mendokumentasikan perubahan warna yang dihasilkan pada masing-masing konsentrasi, pada pengambilan gambar menggunakan smartphone dikondisikan pada jam yang sama, penerangan yang sama. Kemudian hasil dokumentasi dilihat nilai intensitas warna RGB yang diperoleh dengan menggunakan aplikasi Photoshop CS3 dan dihitung absorbansi dari larutan standar warna 30 ppm. Dan dihitung nilai SD serta RSD.

3.7.6 Uji Akurasi Larutan Test Kit Yodium

Diukur absorbansi dari larutan standar warna konsentrasi 50 ppm yang telah ditambahkan reagen tes kit dengan menggunakan Pencitraan Digital. Dalam pencitraan digital digunakan smartphone untuk mendokumentasikan perubahan warna yang dihasilkan pada masing-masing konsentrasi, pada pengambilan gambar menggunakan smartphone dikondisikan pada jam yang sama, penerangan yang sama. Kemudian hasil dokumentasi dilihat nilai intensitas warna RGB yang diperoleh dengan menggunakan aplikasi Photoshop CS3 dan dihitung absorbansi dari larutan standar warna 50 ppm. Dan dihitung % recovery.

3.7.7 Uji Daya Simpan Test Kit Yodium

Diukur absorbansi dari larutan standar warna konsentrasi 10 ppm yang telah ditambahkan reagen tes kit dengan menggunakan Pencitraan Digital. Pada pengukuran absorbansi uji daya simpan dilakukan selama 2 jam, setiap 30 menit didokumentasikan perubahan warna yang dihasilkan. Hasil dokumentasi larutan dengan menggunakan smartphone dilihat intensitas warna RGB yang diperoleh dengan menggunakan aplikasi Photoshop CS3 dan dihitung absorbansi. Dari hasil

absorbansi tersebut dilihat perubahan nilai absorbansi yang terjadi pada test kit yodium selama 2 jam.

3.7.8 Aplikasi Larutan Test Kit Yodium Pada Sampel Garam

Ambil masing-masing larutan sampel garam sebanyak 1 ml dan dimasukkan kedalam tabung reaksi yang telah berisi larutan test kit yodium (1 ml KI 10%, 1 ml amilum, dan 1 tetes HCl pekat), kemudian dilihat perubahan warna yang dihasilkan dari masing-masing sampel dan didokumentasi. Hasil dokumentasi sampel dengan menggunakan smartphone dilihat intensitas warna RGB yang diperoleh dengan menggunakan aplikasi Photoshop CS3 dan dihitung absorbansi. Dari hasil absorbansi tersebut dibandingkan dengan larutan standar warna dengan konsentrasi 30 ppm. Dihitung konsentrasi dari setiap sampel garam.

3.8 Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

3.8.1 Pencitraan Digital

Hasil pencitraan digital menggunakan Photoshop CS3 akan diperoleh data sebagai berikut.

Tabel 3.2 Data Nilai RGB

Konsentrasi (ppm)	Intensitas Warna		
	Red (R)	Green (G)	Blue (B)

Masing-masing nilai intensitas RGB yang diperoleh pada Photoshop CS3 dikonversikan menjadi absorbansi dengan menggunakan rumus persamaan Lamberr-Beert.

$$A = \log \frac{I_0}{I}$$

Dimana :

I : Intensitas warna (R/G/B)

I_0 : Intensitas warna blanko (KI 10%, Amilum, dan HCl pekat)

Nilai absorbansi yang didapat pada analisis sampel dihitung konsentrasinya dengan satuan ppm menggunakan kurva regresi yang didapatkan dari pengukuran larutan standar warna 0-100 ppm.

$$y = ax + b$$

Dimana :

b : Intersep yang menunjukkan kepekaan analisis

a : nilai slope

x : kadar (ppm)

y : absorbansi sampel

3.8.2 Validasi Metode

3.8.2.1 Linieritas

Rumus yang digunakan dalam uji linieritas adalah

$$y = ax + b$$

3.8.2.2 LOD dan LOQ

Rumus yang digunakan pada LOD dan LOQ adalah

- SE of Intercept

Excel → Data Analysis – Regression – Tabel Ke 3 (Standard Error Intercept)

- SD of Intercept

$$SD \text{ of Intercept} = SE \text{ of Intercept} \times \sqrt{N}$$

- LOD (Limit of Detection)

$$LOD = 3,3 \times \frac{SD}{\text{Slope}}$$

- LOQ (Limit of Quantitation)

$$LOQ = 10 \times \frac{SD}{\text{Slope}}$$

3.8.2.3 Uji Presisi (Keakuratan)

Rumus yang digunakan dalam uji presisi adalah

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Ket :

SD : Standar Deviasi

RSD : Simpangan Baku Relative

\bar{X} : Kadar rata-rata

n : Jumlah pengulangan analisis

3.8.2.4 Uji Akurasi (Ketepatan)

Rumus akurasi yang digunakan dalam uji akurasi adalah

$$\%Recovery = \frac{C_a}{C_b} \times 100\%$$

Ket :

C_a : Konsentrasi sampel yang sebenarnya

C_b : Konsentrasi sampel teoritis