

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah deskriptif kualitatif yaitu dengan melihat ada atau tidaknya kadar rhodamin B pada kerupuk pasir berwarna merah.

3.2 Waktu dan tempat penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Maret – April 2022 di Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Chamber, KLT silika gel GF₂₅₄ (MN) siap pakai ukuran 20x20 cm, Penangas air (CIMAREC⁺), labu ukur (PHYREX®) 50 ml, beaker glass (IWAKI) 100 ml, pipet tetes, pipet volume, corong gelas (HERMA), botol semprot, batang pengaduk, spatula, gelas arloji, neraca analitik (OHAUS), gunting, pinset, kertas saring whatman no1, labu ukur (PHYREX®) 100 ml

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel kerupuk, rhodamin B (teknis bsa), aquades (l), n-butanol (EMSURE®), asam asetat (aq), etil asetat (EMSURE®), amonia 10% dan 2%, etanol (EMSURE®), benang wool, aluminium foil, pipa kapiler. (EMSURE®) 96% dan 70%.

3.4 Variabel penelitian

3.4.1 variabel independen (Terikat)

Variabel independen yaitu zat pewarna rhodamin B.

3.4.2 variabel dependen (bebas)

Variabel dependen yaitu kerupuk pasir berwarna merah yang beredar di Pasar Pakisaji

3.5 Definisi operasional variabel

Variabel	Definisi	Cara ukur	Hasil ukur	Skala Data
Kerupuk pasir (Dependen)	Kerupuk pasir yang dijual di pasar pakisaji	Rentang warna	Warna merah muda Terang	Rasio
Pewarna rhodamin B (Independen)	Perwarna terlarang yang sering ditemukan dan disalahgunakan pada kerupuk pasir	Uji kualitatif rhodamin B dengan metode Kromatografi Lapis Tipis	Pewarna berbahaya dinyatakan dalam bentuk positif (+) atau negatif (-)	Nominal

3.6 Metode Penelitian

3.6.1 Pembuatan Amonia 2% dalam etanol 70%

Pipet amonia pekat 2% dan masukkan kedalam labu ukur 250 ml. Selanjutnya ,ditambahkan etanol 70 % hingga tanda batas yang dilarutkan dengan etanol 70%. Dengan memipet 20 ml Amonia pekat 25% menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 250 ml , ditambahkan etanol 70% sampai tanda batas dan dihomogenkan .

3.6.2 Pembuatan 50ml Asam Asetat 10%

Memipet 5 ml asam asetat glacial dan masukkan dalam labu ukur 50 ml. Selanjutnya ditambahkan dengan aquades hingga tanda batas

3.6.3 Pembuatan Larutan Amonia 100ml 10% dalam etanol 70%

Pipet 40 ml amonia pekat 25% menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml ditambahkan etanol 70% dan aquades hingga tanda batas.

3.6.4 Pembuatan larutan Rhodamin B

menimbang 1 mg rhodamin B menggunakan neraca analitik, kemudian masukkan dalam labu

ukur 10 ml. kemudian tambahkan etanol 96% sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.6.5 Pembuatan Larutan Amonia 100ml 12% dalam etanol 70%

Pipet 48 ml amonia pekat 25% kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml selanjutnya, ditambahkan etanol 70% hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.6.6 Pembuatan eluen

Siapkan chamber dan dibersihkan dengan tisu, Selanjutnya isi chamber dengan eluen yang merupakan campuran (n-butanol: etil asetat: amonia 10% dengan perbandingan 10:4:5)

3.6.7 Penjenuhan eluen

Masukkan eluen kedalam chamber dengan campuran (n-butanol: etil asetat: amonia 10% dengan perbandingan 10:4:5), selanjutnya kertas saring dimasukkan kedalam chamber, setelah itu chamber ditutup rapat dan dibarkan sampai jenuh yang ditandai dengan eluen naik sampai bagian atas kertas.

3.6.9 Preparasi Sampel

Sampel kerupuk masing-masing dihaluskan dan ditimbang sebanyak 10 gram menggunakan neraca analitik, kemudian dimasukkan kedalam erlenmeyer. selanjutnya pipet 30 ml larutan amonia 2% yang dilarutkan dalam etanol 70% dan dididihkan. Setelah dilakukan pemanasan, selanjutnya dinginkan dan diamkan beberapa saat, larutan sampel hasil rendaman disaring menggunakan kertas whatman no 1. Filtrat yang diperoleh dari penyaringan, dipindahkan kedalam gelas kimia 100ml, selanjutnya filtrat dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 65°C.

Residu yang diperoleh dari penguapan ditambahkan dengan larutan asam asetat 10% sebanyak 5 ml dan ditambahkan 10 ml aquades. Menyiapkan benang wol dengan panjang 15 cm dimasukkan kedalam larutan asam dididihkan hingga 10 menit. Pewarna akan mewarnai benang wol, setelah itu benang di angkat dan dicuci dengan aquades. Setelah itu benang wool dimasukkan kedalam beaker glass yang berisi amonia 10% setelah itu dipanaskan hingga zat pewarna luntur pewarna akan masuk kedalam larutan basa. Larutan basa yang didapat akan digunakan sebagai cuplikan pada analisis kromatografi lapis tipis.

3.7 Identifikasi dengan Kromatografi Lapis Tipis

Sampel dan pembanding ditotolkan pada garis penotolan plat yang berjarak 1,5 cm dari tepi plat KLT menggunakan pipa kapiler yang telah dibilas dengan aquades. Penotolan

dilakukan dengan tegak lurus. Plat KLT dimasukkan kedalam chamber yang telah jenuh dengan eluen. Ditutup dan dibiarkan beberapa saat sampai eluen naik sampai tanda batas atas plat. Plat KLT diangkat, dikeringkan. Selanjutnya nilai Rf tiap bercak dibandingkan dengan nilai Rf standart rhodamin B (Dawile, 2013).

3.8 Pengolahan Data, Penyajian Data, Analisis Data

3.8.9 Pengolahan Data

Data diperoleh dari pengujian sampel dilaboratorium dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis (KLT).

3.8.10 Penyajian Data

No.	Nama Sampel	Jarak noda			Nilai Rf		Hasil
		Sampel (cm)	Standar (cm)	Eluen (cm)	Sampel	Standar	
1.	A						
2.	B						
3.	C						
dst.	dst.						

3.8.11 Analisa Data

Analisis data yang diperoleh disajikan dalam bentuk gambar, tabel dan penjelasan mengenai hasil dari proses pengamatan yang dilakukan. Analisis data yang digunakan secara kualitatif dilakukan dengan melihat hasil KLT yang berupa nilai Rf larutan standar rhodamin B yang dibandingkan dengan nilai Rf masing- masing dari sampel. Perolehan nilai Rf dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Nilai R} = \frac{\text{Jarak yang ditempuh senyawa terlarut}}{\text{Jarak yang ditempuh pelarut}}$$

Sampel yang dinyatakan positif adalah sampel yang memiliki nilai Rf yang sama dengan baku rhodamin B . sedangkan sampe yang dinyatakan negatif adalah sampel yang memiliki nilai Rf lebih besar atau lebih kecil dari baku rhodamin B.

