

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah deskriptif secara kuantitatif menggunakan metode gravimetri untuk mengetahui apakah kadar yang terkandung dalam sampel limun yang beredar di Kecamatan Paiton melebihi batas ketentuan atau tidak.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

3.2.1 Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang

3.2.2 Waktu Penelitian

Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Januari-Februari 2024.

3.3 Populasi dan Sampel Penelitian

3.3.1 Populasi

Populasi pada penelitian ini yaitu populasi pada penelitian ini adalah minuman limun yang dijual di daerah Kecamatan Paiton.

3.3.2 Sampel

Pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan teknik sampling jenis *cluster random sampling*. Dari 20 desa di Kecamatan Paiton penulis mengambil sampel minuman limun di daerah Desa Jabung Sisir, Desa Paiton, dan Desa Binor. Hal ini disebabkan karena adanya merek yang sama di beberapa desa dan tidak adanya sampel. Selain itu pemilihan ketiga desa tersebut karena Desa Jabung Sisir merupakan desa paling ujung barat di Kecamatan Paiton, Desa Paiton merupakan desa yang berada di tengah sedangkan Desa Binor merupakan desa paling timur di Kecamatan Paiton.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Gelas Kimia 50 ml (Pyrex), Gelas Kimia 100 ml (Pyrex), Labu Ukur 250 ml (Pyrex), Pipet Ukur 10 ml (Pyrex), Pipet Ukur 1 ml (Pyrex), Pipet Tetes, Batang Pengaduk, Spatula, Bola Pump, Hot plate (Thermo scientific), Corong(Pyrex), Erlemenyer 250 Ml(Pyrex), Kertas Saring (Whatman No. 42),

Neraca Analitik (Ohaus Corporation AV264C), Oven (Mettler UF 55).

3.4.2 Bahan

Akuades, Minuman Limun, HCl 37% p.a (Merck), BaCl₂ p.a (Merck), NaNO₂ p.a (Merck), Karbon Aktif.

3.5 Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah minuman limun yang beredar di Kecamatan Paiton dengan berbagai merk.

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah pemanis buatan (siklamat) pada minuman limun yang beredar di Kecamatan Paiton.

3.6 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3.1 Definisi operasional variabel

Variabel	Definisi Operasional	Metode	Alat Ukur	skala
Minuman limun	Minuman limun yang dijual di daerah Kecamatan Paiton	Pengukuran	Gelas ukur	Rasio
Natrium Siklamat	Kandungan pemanis buatan siklamat pada minuman limun yang dijual di daerah Kecamatan Paiton	Analisis kualitatif dengan metode pengendapan	Indra penglihatan	Nominal
Natrium Siklamat	Kandungan pemanis buatan siklamat pada minuman limun yang dijual di daerah Kecamatan Paiton	Analisis kuantitatif dengan metode gravimetri	Gravimetri	Rasio

3.7 Metode Analisis

3.7.1 Uji Organoleptik

Pada pengujian organoleptik dilakukan secara manual yaitu dengan menghirup aroma, merasakan, memperhatikan warna, dan melihat kemasan dari sampel minuman limun. Data yang diperoleh ditampilkan dalam bentuk tabel dengan memberi kode pada masing-masing sampel dan hasil pengujiannya. Tabel ini akan digunakan untuk mendukung data mengenai uji kualitatif dengan pengendapan dan penetapan kadar dengan metode gravimetri.

3.7.2 Uji Berat Jenis

Pertama piknometer dicuci lalu dikeringkan dalam oven selama 30 menit dengan suhu 105°C, setelah itu piknometer ditunggu dingin dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang sebagai berat kosong piknometer. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam piknometer hingga ujung piknometer lalu ditutup dan pastikan tidak ada gelembung udara di dalam tutup piknometer lalu ditimbang (Andi, 2023).

3.7.3 Metode Gravimetri

A. Preparasi sampel

Diambil sebanyak 100 ml sampel ditambahkan 2 gram arang aktif untuk menghilangkan warna dari sampel, kemudian sampel disaring (Qomariah,2017). Penambahan ini dilakukan sebanyak 5 kali.

B. Uji Gravimetri

Sampel sebanyak 100 ml ditambahkan 10 ml larutan HCl 10% (v/v) dan 10 ml larutan BaCl₂ 10% (b/v), dihomogenkan dan dibiarkan selama 30 menit, disaring dengan kertas saring. Filtrat ditambahkan 10 ml NaNO₂ 10% (b/v). Larutan dipanaskan diatas penangas air dengan suhu 125-130°C selama 2 jam. Jika terbentuk endapan putih maka sampel mengandung siklamat (SNI 01- 2893-1994), sampel yang menunjukkan endapan putih dilanjutkan dengan gravimetri.

Sebelum dilakukan uji gravimetri kertas saring whatman 42 dipanaskan dalam oven dengan suhu 105°C selama 30 menit, kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Sampel positif mengandung siklamat yang didapatkan dari uji kualitatif disaring menggunakan kertas saring whatman 42, setelah itu

dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam (Amalia, 2022). Kertas saring didinginkan dalam desikator dan ditimbang hingga bobot tetap (perbedaan dua kali penimbangan berturut-turut setelah dikeringkan atau dipijarkan selama 1 jam tidak lebih dari 0,25%).

3.8 Pengolahan, Penyajian Dan Analisis Data

3.8.1 Penyajian data

- Uji Organoleptik

Tabel 3.2 Penyajian data uji organoleptik sampel

Merk	Kode sampel	Warna	Rasa	aroma	Indra Mata
Merk A	Sampel 1				
	Sampel 2				
Merk B	Sampel 3				
	Sampel 4				
Merk C	Sampel 5				

- Penentuan Berat Jenis Sampel

Tabel 3.3 Penyajian data berat jenis sampel

Sampel	Replikasi	Bobot Piknometer Kosong	Bobot Piknometer + Sampel	Sampel	Berat jenis	Rata-rata
Sampel 1	A					
	B					
	C					
Sampel 2	A					
	B					
	C					
Sampel 3	A					
	B					
	C					
Sampel 4	A					
	B					
	C					
Sampel 5	A					
	B					
	C					

- Uji Kualitatif Natrium Siklamat

Tabel 3.4 Penyajian data uji kualitatif siklamat (pengendapan)

Kode sampel	Replikasi	Warna endapan	hasil
Sampel 1	A B C		
Sampel 2	A B C		
Sampel 3	A B C		
Sampel 4	A B C		
Sampel 5	A B C		

- Uji Kuantitatif Natrium Siklamat

Tabel 3.5 Penyajian data uji kuantitatif siklamat (gravimetri)

Kode sampel	Replikasi	Berat endapan	Kadar sebagai natrium siklamat	Kadar sebagai asam siklamat
Sampel 1	A B C			
Sampel 2	A B C			
Sampel 3	A B C			
Sampel 4	A B C			
Sampel 5	A B C			

3.8.2 Pengolahan Data

- Penentuan Berat Jenis

$$\text{Berat Jenis g/ml} = \frac{\text{berat sampel (g)}}{\text{volume piknometer (ml)}}$$

- Konversi sampel dari ml menjadi kg

Sampel dengan satuan ml dikonversikan menjadi satuan kg agar sesuai dengan ketentuan Peraturan BPOM NO.11 tahun 2019

$$\text{Massa Sampel (kg)} = \frac{\text{volume sampel (ml)} \times \text{bobot jenis (g/ml)}}{1000}$$

- Penetapan kadar sebagai natrium siklamat

Endapan yang dihasilkan berupa BaSO₄ oleh sebab itu kadar dihitung akan dikonversikan menjadi kadar sebagai natrium siklamat

$$\text{Kadar Natrium Siklamat} = \frac{\text{berat endapan (mg)}}{\text{volume sampel (kg)}} \times \frac{Bm Na-siklamat}{Bm BaSO_4}$$

- Kadar sebagai asam siklamat

Menurut Peraturan BPOM NO.11 tahun 2019⁴ natrium siklamat dihitung sebagai asam siklamat, oleh karena itu hasil kadar natrium siklamat dikonversikan menjadi asam siklamat

$$\text{Kadar Asam Siklamat} = \text{kadar natrium siklamat} \times \frac{Bm as-siklamat}{Bm Na-siklamat}$$