

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan desain penelitian deskriptif secara observasional. Pada penelitian ini, peneliti menentukan kadar rhodamin B pada sampel kerupuk yang berwarna merah menggunakan reagen $Zn(CNS)_2$ sebagai kompleks dengan rhodamin B menggunakan metode kolorimetri secara pencitraan digital.

B. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada April 2020 di Laboratorium Kimia SMAN 1 Gondangwetan yang berlokasi di Jalan Raya Bromo No. 33 Kecamatan Gondangwetan Kabupaten Pasuruan.

C. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat-alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker, labu takar, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, timbangan analitik, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur, bola hisap, tabung reaksi, rak tabung reaksi, botol vial, *microplate 96 well*, kamera, *scanner*, komputer atau laptop dengan aplikasi *Image J*.

2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian adalah rhodamin B, $ZnCl_2$, KSCN, aquades, asam asetat 98 %, dan baku rhodamin B. Bahan yang digunakan berderajat pro analisis dan sampel kerupuk yang diduga mengandung rhodamin B.

D. Populasi dan Sampling

1. Populasi Penelitian

Populasi pada penelitian ini adalah sampel kerupuk jenis uyel dan bawang berwarna merah yang dijual di Pasar Ranggeh Kecamatan Gondangwetan Kabupaten Pasuruan. Lokasi pengambilan sampel kerupuk berada di Pasar Ranggeh Gondangwetan Kabupaten Pasuruan dengan alasan lokasi pasar berdekatan dengan rumah peneliti dan sering ditemukan kerupuk berwarna merah yang dicurigai mengandung rhodamin B.

2. Sampel Penelitian

Sampel pada penelitian ini adalah kerupuk berwarna merah yang memiliki ciri-ciri antara lain warnanya cerah mengkilap dan lebih mencolok, terkadang warna terlihat tidak homogen (rata), ada gumpalan warna pada produk, dan bila dikonsumsi rasanya sedikit lebih pahit. Metode sampling pada penelitian menggunakan *purposive sampling*, dimana peneliti melakukan pengambilan sampel berdasarkan ciri-ciri yang telah ditetapkan yang sesuai dengan tujuan penelitian.

E. Variabel Penelitian

Variabel penelitian ini meliputi kadar rhodamin B.

F. Definisi Operasional Variabel

No.	Variabel	Definisi	Cara Ukur	Hasil Ukur	Skala Data
1.	Kadar Rhodamin B diuji dengan menggunakan reagen $Zn(CNS)_2$	Rhodamin B merupakan zat pewarna sintetis yang dilarang ada dalam makanan. Penentuan kadar rhodamin B pada sampel kerupuk berwarna merah dilakukan menggunakan reagen $Zn(CNS)_2$.	Uji Kualitatif kadar rhodamin B dengan menggunakan reagen kompleks $Zn(CNS)_2$	Apabila menunjukkan hasil (+) mengandung rhodamin B maka terjadi perubahan warna menjadi ungu dan apabila (-) mengandung rhodamin B maka tidak terjadi perubahan warna	Ordinal

2.	Kadar Rhodamin B diuji dengan Metode Kolorimetri secara Pencitraan digital	Rhodamin B merupakan zat pewarna sintetis yang dilarang ada dalam makanan. Penentuan kadar rhodamin B pada sampel kerupuk berwarna merah dilakukan menggunakan reagen $Zn(CNS)_2$.	Uji kuantitatif kadar rhodamin B dengan metode kolorimetri secara pencitraan digital yang dilanjutkan dengan mengkonversi nilai intensitas warna menjadi absorbansi sehingga didapat kadar rhodamin B.	Kadar rhodamin B dinyatakan dalam bentuk ppm.	Rasio
----	--	---	--	---	-------

G. Metode Penelitian

1. Pembuatan Larutan Induk Standar Rhodamin B 1000 ppm

Padatan rhodamin B ditimbang sebanyak 0,5 gram menggunakan neraca analitik. Kemudian dimasukkan pada labu ukur 500 mL lalu dilarutkan dan ditandabatkan dengan akuades (Prabowo, 2012).

2. Pembuatan Larutan Kerja Rhodamin B 100 ppm

Larutan induk standar rhodamin B 1000 ppm diambil sebanyak 10 mL menggunakan pipet volume 10 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen (Prabowo, 2012).

3. Pembuatan Larutan Kerja $ZnCl_2$ 2 M

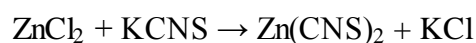
Padatan $ZnCl_2$ ditimbang sebanyak 27,2572 gram lalu dilarutkan dengan akuades pada gelas beaker 100 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dikocok hingga homogen (Prabowo, 2012).

4. Pembuatan Larutan Kerja KCNS 2 M

Padatan KCNS ditimbang sebanyak 19,4362 gram lalu dilarutkan dengan akuades pada gelas beaker 100 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan hingga tanda batas dengan akuades dan dikocok hingga homogen (Prabowo, 2012).

5. Pembuatan Reagen Zn-tiosianat

Penentuan kondisi optimum dari reagen Zn-tiosianat didapatkan berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Prabowo (2012), dimana reagen dengan kondisi optimum didapatkan dari menyampurkan larutan $ZnCl_2$ 2 M sebanyak 1 mL dan larutan KCNS 2 M sebanyak 2 mL pada labu ukur 100 mL kemudian ditandabatkan dengan aquades lalu dihomogenkan. Penentuan kondisi optimum dari reagen Zn-tiosianat didapatkan berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Prabowo (2012), dimana reagen dengan kondisi optimum didapatkan dari menyampurkan larutan $ZnCl_2$ 2 M sebanyak 1 mL dan larutan KCNS 2 M sebanyak 2 mL pada labu ukur 100 mL kemudian ditandabatkan dengan aquades lalu dihomogenkan. Reaksi yang dihasilkan dari pereaksian $ZnCl_2$ dan KCNS adalah sebagai berikut :



Dari hasil reaksi diatas senyawa yang dihasilkan dari pereaksian senyawa $ZnCl_2$ dan KCNS yang digunakan sebagai reagen untuk dikomplekskan dengan Rhodamin B adalah senyawa $Zn(CNS)_2$. Berdasarkan pernyataan Prabowo (2012), jika rhodamin B direaksikan dengan Zn-tiosianat ($Zn(CNS)_2$) yaitu perubahan warna larutan dari larutan berwarna merah menjadi berwarna ungu. Perubahan warna ini disebabkan karena terbentuknya senyawa kompleks Zn-tiosianat-rhodamin B ($(RB)_2Zn(CNS)_4$).

6. Pembuatan Deret Intensitas Warna Kompleks Zn-tiosianat-Rhodamin B dalam bentuk larutan

Larutan Zn-tiosianat pada konsentrasi optimum dimasukkan ke dalam labu ukur 8 labu ukur yang masing-masing telah diisi dengan 0,1;

0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 1,0; 1,4 mL larutan kerja rhodamin B 100 ppm, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Selanjutnya larutan yang dihasilkan tersebut masing-masing dimasukkan ke dalam *microplate* diletakkan pada *scanner* kemudian dilakukan proses *scanning*. Hasil *scanning* yang berupa gambar digital, dianalisis menggunakan program *ImageJ Version 1.48* dan dihasilkan data intensitas cahaya komponen warna *RGB* untuk setiap larutan. Data intensitas tersebut dikonversi menjadi absorbansi dengan menggunakan persamaan Lambert – Beer : $A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right)$, di mana I = intensitas cahaya warna aktual sampel hasil pencitraan (Intensitas cahaya komponen warna *RGB*) dan I_0 = intensitas cahaya warna larutan blanko (Rusmawan dkk, 2011).

7. Pengukuran Sampel secara Kolorimetri menggunakan Pencitraan Digital

Sampel kerupuk yang akan dianalisis dihaluskan lalu ditimbang sebanyak 2 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 mL lalu ditambahkan 2 mL asam asetat encer dan 30 mL akuades. Selanjutnya dipanaskan pada suhu sedang sambil dilakukan pengadukan hingga larut sempurna. Kemudian larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan larutan Zn-tiosianat. Penentuan secara kualitatif adanya rhodamin B pada sampel yang diuji ditandai dengan terjadinya perubahan warna pada larutan. Selanjutnya larutan yang dihasilkan tersebut masing-masing dimasukkan ke dalam *microplate* diletakkan pada *scanner* kemudian dilakukan proses *scanning*. Hasil *scanning* yang berupa gambar digital, dianalisis menggunakan program *ImageJ Version 1.48* dan dihasilkan data intensitas cahaya komponen warna *RGB* untuk setiap larutan. Data intensitas tersebut dikonversi menjadi absorbansi dengan menggunakan persamaan Lambert – Beer : $A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right)$, di mana I = intensitas cahaya warna aktual sampel hasil pencitraan (Intensitas cahaya komponen warna *RGB*) dan I_0 = intensitas cahaya warna larutan blanko (Rusmawan dkk, 2011). Sedangkan untuk menghitung kadar Rhodamin B

dalam sampel dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan persamaan regresi : $y = bx \pm a$ (Yamlean, 2011).

8. Penentuan Nilai Akurasi

Penentuan nilai akurasi dapat dilakukan menggunakan metode adisi atau penambahan baku. Metode adisi dapat dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit dengan konsentrasi tertentu pada sampel yang diperiksa, lalu dianalisis dengan metode tersebut. Persen perolehan kembali ditentukan dengan menentukan berapa persen analit yang ditambahkan tadi dapat ditemukan. Kadar analit dalam metode penambahan baku dapat dihitung sebagai berikut :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(C_F - C_A)}{C^*_A} \times 100\%$$

Keterangan :

C_F = Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

C_A = Konsentrasi sampel sebenarnya

C^*_A = Konsentrasi analit yang ditambahkan (Harmita, 2004)

9. Penentuan Nilai Presisi

Presisi dapat dibagi dalam dua kategori yaitu keterulangan (*repeatability*) dan ketertiruan (*reproducibility*). *Repeatability* adalah nilai presisi yang diperoleh jika seluruh pengukuran dihasilkan oleh satu orang analis dalam satu periode tertentu, menggunakan contoh yang sama, pereaksi dan peralatan yang sama dalam laboratorium yang sama. Reapitabilitas diukur dengan menghitung *Relative Standard Deviation* atau simpangan baku relatif (RSD) dari beberapa ulangan contoh yang dilakukan. Dari nilai simpangan baku tersebut dapat dihitung nilai koefisien variannya (CV). Perhitungan CV (RSD) contoh adalah sebagai berikut :

$$(\text{RSD})_{\text{contoh}} = \frac{SD}{x_r} \times 100$$

Dimana :

SD = Standard Deviasi konsentrasi contoh yang dihasilkan dari ulangan pengujian (minimal 7 pengulangan)

X_r = Rata-rata konsentrasi ulangan pengujian (Utami, 2017)

H. Pengolahan, Penyajian dan Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah intensitas komponen warna *RGB* (*Red*, *Green*, dan *Blue*) dari larutan uji yang kemudian didapatkan nilai absorbansi dari masing-masing larutan menggunakan persamaan Lambert – Beer : $A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right)$, di mana I = intensitas cahaya warna aktual sampel hasil pencitraan (Intensitas cahaya komponen warna *RGB*) dan I_0 = intensitas cahaya warna larutan blanko. Selanjutnya konsentrasi (ppm) yang didapatkan dari persamaan linier $y = 0,0157x + 0,0903$ dengan nilai y adalah absorbansi dari larutan uji diolah dan disajikan dalam bentuk tabel lalu dianalisis dengan menggunakan metode kolorimetri secara pencitraan digital, kemudian dilakukan validasi metode untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya.

No.	Kode Sampel	Intensitas Komponen Warna <i>RGB</i>	Absorbansi Larutan	Konsentrasi Rhodamin B (ppm)