

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan pada penelitian adalah deskriptif, yakni peneliti melakukan pengujian laboratorium pada sirup yang mengandung Pemanis buatan Siklmat yang dijual di pasar Besar Malang dan membandingkan hasil penelitian dengan hasil penelitian sebelumnya yang telah dipublikasikan, yang terdapat batas maksimum dalam penggunaannya dengan melakukan analisis metode spektrofotometri uv-vis.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

3.2.1 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April-juni 2021 dimulai dari kegiatan persiapan, pelaksanaan penelitian, dan analisis data.

3.2.2 Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Universitas Islam Malang.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah

- Gelas Ukur (Pyrex®/waki 50 ml)
- Corong Pisah (Pyrex® 250 ml)
- Pipet Tetes (Pyrex®)
- Batang pengaduk
- Spatula
- Tabung Reaksi (Pyrex®)
- Batang statif dan klem
- Tisu gulung (paseo)
- Pipet volumetric (Pyrex® 10 ml)
- Botol akuades

- Labu Ukur (Pyrex®/waki 50 ml)
- Bola hisap
- Timbangan Analitik (ABS 220-4)
- Seperangkat Alat Spektrofotometer UV-Vis (Genesys 150)

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Sampel sirup yang diduga mengandung pemanis buatan siklamat

- Air
- Baku Siklamat
- Akuades (H_2O) (Aquistill)
- Asam Klorida 10% (HCl 10%) (Merck Millipore)
- Asam Sulfat Pekat (H_2SO_4 pekat) (Jerman Catalogue)
- Asam Sulfat 30% (H_2SO_4 30%) (Jerman Catalogue)
- etil asetat ($C_4H_8O_2$) (Jerman Catalogue)
- Natrium Hidroksida 10 N ($NaOH$ 10 N) (Jerman Catalogue)
- Natrium Hidroksida 0,5 N ($NaOH$ 0,5 N) (Jerman Catalogue)
- Sikloheksana (C_6H_{12}) (Smart Lab)
- Natrium Hipoklorit pa ($NaOCl$).

3.4 Populasi dan Sampling

3.4.1 Populasi

Penelitian Populasi pada penelitian ini adalah sirup yang dijual di pasar besar Kota Malang.

3.4.2 Sampel Penelitian

Sampel pada penelitian ini adalah sampel sirup 1, sirup 2, dan sirup 3. Pemilihan sampel diambil secara purposive sampling di mana sampel yang diambil secara sengaja sesuai dengan pertimbangan dan kebutuhan penulis.

3.5 Variable Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas

Variable bebas merupakan variable yang mempengaruhi atau yang menjadi sebab perubahan atau timbulnya variabel independen/ terikat (Sugiono,2017). Dalam penelitian ini yang menjadi variabel bebas adalah minuman sirup yang beredar di pasar yaitu, sirup A, sirup B, dan sirup C.

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat/independen merupan variabel konsekuen, kriteria dan output. Variabel independen juga disebut sebagai variabel terikat, adanya variabel terikat dapat menjadi akibat dan pengaruh bagi variabel tersebut (Sugiono, 2013). Variabel terikat dalam penelitian ini adalah Kadar pemanis buatan siklambat pada minuman sirup .

3.6 Definisi Operasional

Variable	Definisi operasional	Alat ukur	Hasil ukur	Skala ukur
Kadar pemanis buatan siklambat pada minuman sirup.	Siklmat pada minuman sirup	Spektrofotometri Uv-Vis	Mg/kg	Rasio

Table 3.6 Definisi Operasional

3.7 Metode Penelitian

3.7.1 Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan pada pedagang minuman sirup di pasar besar Kota Malang. Sampel yang di ambil adalah sirup. Selanjutnya

sampel di uji kandungan pemanis buatan siklamat di Laboratorium menggunakan metode Spektrofotometri Uv-Vis.

3.7.2 Metode Analisis

a. Pembuatan larutan standar dan Kurva Kalibrasi

Larutan standar siklamat dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm dilakukan dengan menimbang 50 mg siklamat, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL akuades. Larutan standar siklamat dilakukan pengenceran sehingga konsentrasi larutan menjadi 20, 40, 80, 120 dan 160 ppm dengan mengambil 1 mL untuk 20 ppm, 2 mL untuk 40 ppm, 4 mL untuk 80 ppm, 6 mL untuk 120 ppm, dan 8 mL untuk 160 ppm.

Masing-masing larutan tersebut dipindahkan ke dalam corong pisah pertama, ditambah dengan 1 mL NaOH 10 N, 5 mL sikloheksana lalu dikocok selama 1 menit. Lapisan air dipisahkan dan dimasukkan ke dalam corong pisah kedua, kemudian ditambahkan dengan 2,5 mL H₂SO₄ 30 %, 5 mL sikloheksana, dan 5 mL larutan NaOCl pa, dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan NaOCl ± 5 mL. Lapisan air dibuang. Kemudian lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit dan lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 mL air, diambil lapisan sikloheksana dan lapisan air dibuang (larutan A).

b. Penentuan panjang gelombang maksimum

Diukur absorbansi masing-masing konsentrasi pada spektrofotometer UVVis pada panjang gelombang 300-320 nm. Kurva standar dibuat antara konsentrasi terhadap serapan sehingga diperoleh persamaan regresi yang dipergunakan untuk perhitungan pada analisis selanjutnya.

c. Uji Kuantitatif Kadar Siklamat dengan UV-Vis pada sampel (SNI 01-6993-2004)

Dipipet sampel sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam corong pisah pertama, ditambah dengan 2,5 mL H₂SO₄ pekat dan didinginkan. Setelah dingin ditambah dengan 50 mL etil asetat dikocok selama 2 menit dan diambil ± 40 mL bagian yang jernih kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah kedua diekstraksi dengan 15 mL air yang dilakukan dengan 3 kali pengulangan dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke-tiga ditambahkan dengan 1 mL NaOH 10 N dan 5 mL sikloheksana, dikocok selama satu menit. Lapisan atas dibuang, lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah ke-empat ditambahkan 2,5 mL H₂SO₄ 30 %, 5 mL sikloheksana, dan 5 mL larutan NaOCl pa, dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan NaOCl ± 5 mL. Lapisan air dibuang kemudian lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit dan lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 mL air, diambil lapisan sikloheksana dan lapisan air dibuang (larutan B).

d. Larutan Blanko

Dipipet air sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam corong pisah pertama, ditambah dengan 2,5 mL H₂SO₄ pekat dan didinginkan. Setelah dingin ditambah dengan 50 mL etil asetat dikocok selama 2 menit dan diambil ± 40 mL bagian yang jernih. Kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah kedua, diekstraksi dengan 15 mL air yang dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Dikumpulkan lapisan air dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke-tiga, ditambahkan 1 mL NaOH 10 N dan 5 mL sikloheksana, dikocok selama satu menit. Lapisan atas dibuang, lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah ke-empat ditambahkan 2,5 mL H₂SO₄ 30 %, 5 mL sikloheksana, dan 5 mL larutan NaOCl pa, dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan NaOCl ± 5 mL.

Lapisan air dibuang kemudian lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit dan lapisan bawah dibuang, kemudian lapisan atas (sikloheksana) dicuci dengan 25 mL akuades, dikocok dan dipisahkan dan diambil larutan lapisan bagian atas yang digunakan sebagai blanko (larutan C).

e. Penetapan Kadar Siklamat

Masing-masing larutan A, B diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum dan larutan C sebagai larutan pembanding, kemudian dihitung kadar pemanis siklamat dengan menggunakan persamaan regresi linear $y = ax \pm b$.

3.8 Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

Jenis dari penelitian ini adalah data yang diperoleh dari analisis pemanis siklamat menggunakan spektrofotometer UV-Vis berupa absorbansi dari larutan standar dan sampel minuman sirup. Dalam penelitian ini, membandingkan hasil penelitian dengan hasil penelitian sebelumnya yang telah dipublikasikan, untuk memperkuat, berlawanan, ataukah memberikan hasil yang terbaru, dibawah ini terdapat contoh absorbansi, kurva standar :

- Tabel contoh Absorbansi Standar Siklamat

konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
100	0,190225
200	0,401945
300	0,599465
400	0,821215
500	0,978615

- Gambar contoh kurva standar kalibrasi

