

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah deskriptif pada sampel umbi singkong, singkong dikukus, dan makanan tradisional gethuk yang dibuat sendiri oleh peneliti, dengan uji kualitatif dan kuantitatif yaitu mengumpulkan data sesuai dengan yang terjadi pada saat penelitian secara kualitatif dan kuantitatif pada umbi singkong, singkong dikukus, dan makanan tradisional gethuk yang diduga mengandung sianida dengan metode titrasi kompleksometri.

3.2 Waktu Dan Tempat Penelitian

3.2.1 Tempat Penelitian

Penelitian analisis kandungan sianida pada makanan tradisional gethuk dilakukan di Laboratorium Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang

3.2.2 Waktu Penelitian

Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Maret sampai April tahun 2025.

3.3 Bahan Dan Alat

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah mortar, alu, erlenmeyer bertutup, hot plate, beaker glass 500 ml, gelas ukur 100 ml, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, pipet ukur 10 ml, corong, pipet tetes, neraca analitik, bola hisap, pinset, buret, statif dan klem, set alat destilasi, labu destilasi, erlenmeyer, labu ukur.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah umbi singkong, singkong dikukus, gethuk, asam tartrat 5%, asam pikrat, Na_2CO_3 , aquadest, kertas saring, reagen KSCN, Alumunium foil, AgNO_3 , KI 5%, NH_4OH , NaOH 2,5%, Kalium Kromat, NaCl .

3.4 Definisi Operasional

Table 1. Definisi Operasional

No	Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Skala Ukur
1	Makanan Tradisional Gethuk	Makanan Tradisional yang pembuatannya berbahan dasar umbi singkong yang dikukus lalu dihaluskan dan diberi sedikit taburan parutan kelapa	Deskripsi	
2	Sianida	Senyawa Toksik yang terdapat pada tanaman umbi singkong, sehingga pada saat proses pengolahan akan terkandung pada makanan tradisional Gethuk.	Asam pikrat	Teridentifikasi atau tidak teridentifikasi
			Titration Kompleksometri	Kadar Sianida yang terkandung pada sampel

3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Pembuatan Gethuk

Umbi singkong dikupas lalu dicuci kemudian umbi singkong yang telah bersih dikukus hingga teksturnya lunak. Kemudian umbi singkong dihaluskan lalu dibentuk sesuai dengan yang diinginkan dan diberi taburan parutan kelapa.

3.5.2 Preparasi Sampel

Pada uji kualitatif Sampel Umbi singkong, singkong dikukus, dan gethuk yang telah dihaluskan masing-masing ditimbang sejumlah 50 gram

kemudian ditambahkan KSCN sebanyak 20 mg untuk konsentrasi 0,04 % , 15 mg untuk konsentrasi 0,03 % , 10 mg untuk konsentrasi 0,02 % , 5 mg untuk konsentrasi 0,01 % , dan 1 mg untuk konsentrasi 0,002%.

Pada Uji kuantitatif Sampel Umbi singkong, singkong dikukus, dan gethuk yang telah dihaluskan masing-masing ditimbang sejumlah 20 gram kemudian ditambahkan KSCN sebanyak 20 mg untuk konsentrasi 0,1 % , 15 mg untuk konsentrasi 0,075 % , 10 mg untuk konsentrasi 0,05 % , 5 mg untuk konsentrasi 0,025 % , dan 1 mg untuk konsentrasi 0,005%.

3.5.3 Pembuatan Kertas Pikrat

Dipotong kertas saring dengan ukuran 1 x 10 cm. Kemudian dicelupkan masing-masing kertas ke dalam larutan asam pikrat jenuh dan dikeringkan dengan cara diangin- anginkan

3.5.4 Penentuan Adanya Senyawa Sianida Secara Kualitatif

sampel dimaserasi dengan 100 ml aquadest dalam erlenmeyer 250 ml, dan ditambahkan dengan 20 ml asam tartrat 5%. Selanjutnya dibasahi kertas pikrat dengan Na_2CO_3 8%. Kemudian digantungkan kertas pikrat pada erlenmeyer tertutup yang telah berisi sampel lalu dipanaskan selama ± 15 menit. Apabila terjadi perubahan pada kertas dari warna kuning ke warna merah bata maka sampel mengandung senyawa sianida.

3.5.5 Pembakuan AgNO_3

Dipipet 25 ml larutan NaCl 0,0141 N (larutan standar NaCl 0,0141 N dibuat dengan melarutkan 824,0 mg NaCl , dikeringkan pada 140 °C selama 2 jam, di dalam 1 liter air) , dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 ml. Dibuat larutan blanko menggunakan 25 ml air suling. Ditambah 1 ml larutan indikator K_2CrO_4 5 % b/v lalu diaduk. Dititrasi dengan larutan AgNO_3 hingga terjadi warna merah kecoklatan. Dicatat volume larutan AgNO_3 yang digunakan untuk contoh uji (A ml) dan blanko (B ml). Dilakukan pengukuran secara duplo. Dicatat volume AgNO_3 lalu dihitung nilai normalitas larutan baku AgNO_3 (Nasional B. S., SNI 06-6989.19-2004, 2004).

3.5.6 Pengujian Sianida Secara Kuantitatif

Sampel di maserasi dengan 100 ml aquadest selama 2 jam. Kemudian ditambah 100 ml aquadest lalu di destilasi. Destilat di tampung dalam erlenmeyer yang telah diisi dengan 20 ml NaOH 2,5%. Setelah diperoleh destilat sebanyak 100 ml, destilasi dihentikan. Kemudian destilat ditambah 8 ml NH₄OH, 5 ml KI 5%, lalu dititrasi dengan larutan AgNO₃ hingga terjadi kekeruhan (kekeruhan ini akan mudah dilihat bila di bawah erlenmeyer diberi kertas karbon warna hitam. Dicatat volume titrasi, dan dihitung kadar sianida dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Sianida} = \frac{\text{volume titrasi} \times N \text{ AgNO}_3 \times Mr}{m \times 1000} \times 100$$

3.5.7 Penetapan Batas Deteksi Metode Titrasi Kompleksometri dalam Mendeteksi Kadar Sianida pada Sampel Umbi singkong, Singkong dikukus, dan gethuk

Kadar sianida yang telah diperoleh dari sampel yang mengandung 0,1 %, 0,075 %, 0,05 %, 0,025%, 0,005% KSCN kemudian dibuat kurva standar yang menyatakan hubungan antara konsentrasi dengan kadar sianida. Dari pembuatan kurva standar tersebut akan diketahui regresi linear yang dinyatakan dengan persamaan $y = bx + a$. Batas deteksi ditentukan dengan menggunakan perhitungan secara statistik melalui persamaan regresi linear dari kurva standar. Perhitungan tersebut berdasarkan pada nilai simpangan baku (SD) respon dan kemiringan (slope, S) kurva baku pada level yang mendekati LoD sesuai dengan rumus, $LoD = 3,3 (SD/ S)$ (Rohman, 2022).

3.6 Metode Analisis

Metode analisis kualitatif didasarkan pada perubahan warna kertas pikrat dari kuning menjadi warna merah bata pada saat proses pemanasan yang menandakan adanya senyawa sianida pada sampel. Sedangkan pada metode analisis kuantitatif didasarkan pada saat terbentuknya kekeruhan pada saat proses akhir titrasi.

3.7 Pengolahan, Penyajian Data, dan Analisis Data

3.7.1 Pengolahan

Data yang diperoleh pada penelitian ini adalah volume titrasi dari masing-masing sampel, data yang dihasilkan berupa data berbentuk rasio yang dinyatakan dalam mg.

3.7.2 Penyajian Data

Data yang diperoleh akan disajikan dalam bentuk tabel seperti berikut

Table 2. Penyajian Data Kualitatif

No	Sampel	Konsentrasi	Hasil (+/-)
1			
2			
3			

Table 3 Penyajian Data Kuantitatif

No	Nama Sampel	Replikasi	Volume Titrasi	Kadar Sianida
1	Sampel A	1	 ml	 mg
		2	 ml	 mg
		3	 ml	 mg
2	Sampel B	1	 ml	 mg
		2	 ml	 mg
		3	 ml	 mg
3	Sampel C	1	 ml	 mg
		2	 ml	 mg
		3	 ml	 mg
4	Sampel D	1	 ml	 mg
		2	 ml	 mg
		3	 ml	 mg
5	Sampel E	1	 ml	 mg
		2	 ml	 mg
		3	 ml	 mg
6	Sampel F	1	 ml	 mg
		2	 ml	 mg
		3	 ml	 mg

3.7.3 Analisis Data

Analisis data pada uji kualitatif diketahui dengan hasil negatif dan positif, pada analisis kuantitatif diketahui dengan kadar dalam mg. Sedangkan pada penentuan batas deteksi metode titrasi kompleksometri dalam mendeteksi kadar sianida diperoleh hasil batas deteksi dalam satuan %.

