

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

A. Jenis dan Desain Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan bersifat eksperimental yaitu untuk mengetahui adakah perbedaan hasil analisis iodimetri dan spektrofotometri uv-vis pada penetapan kadar vitamin C dalam buah dan sayur. Variabel bebas penelitian ini adalah metode Iodimetri dan Spektrofotometri Uv-Vis. Variabel terikatnya adalah penetapan kadar vitamin C.

B. Lokasi dan Waktu

1. Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analisis Makanan dan Minuman jurusan Analis Kesehatan Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.

2. Waktu Penelitian

Waktu Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari-April 2020

C. Objek Penelitian

Objek penelitian ini yaitu Sampel dalam buah papaya dan sayur brokoli. Penelitian ini untuk menentukan perbedaan hasil kadar vitamin C pada buah papaya dan sayur brokoli menggunakan metode iodimetri dan Spektrofotometri Uv-Vis. Pengulangan sampel dilakukan sebanyak 16 kali didapat dari perhitungan rumus Federer dengan ketentuan:

Perhitungan:

$$(t-1)(n-1) \geq 15$$

$$(2-1)(n-1) \geq 15$$

$$1n \geq 16$$

$$n \geq 16$$

n= jumlah pengulangan

t= jumlah perlakuan

D. Variabel dan Definisi Operasional Penelitian

Tabel 3.1 Definisi Operasional

Variabel Penelitian	Definisi	Cara Ukur	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala
Bebas: Iodimetri dan Spektrofotometri Uv-Vis	Titration langsung, Pengukuran energy cahaya	Titration Serapan Cahaya	Buret, Spektrofotometer	mL Abs	Rasio
Terikat: Kadar Vitamin C	Kandungan Vitamin C yang ada pada buah papaya dan sayur brokoli	Iodimetri: Titration Spektrofotometri Uv-Vis: Serapan Cahaya	Buret Spektrofotometer	Persen (%) Persen (%)	Rasio

E. Teknik Pengumpulan Data

1. Prosedur Penelitian

- a. Mengajukan permohonan izin penelitian kepada laboratorium Kimia Analisa Makanan dan Minuman jurusan Analisis Kesehatan Poltekkes Tanjungkarang.
- b. Melakukan persiapan peralatan serta bahan yang akan digunakan dalam penelitian
- c. Melakukan pembuatan larutan reagen dan preparasi sampel.
- d. Melakukan penentuan kadar vitamin C menggunakan metode Iodimetri dan Spektrofotometri Uv-Vis.
- e. Mengaplikasikan data hasil perhitungan menggunakan uji T-Test Independent, untuk mengetahui perbedaan hasil uji kadar vitamin C menggunakan metode Iodimetri dan Spektrofotometri Uv-Vis.

2. Alat dan Bahan

- a. Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer U-1800, buret 25,0 mL, cawan petri, labu Erlenmeyer 250 mL, pipet ukur 2 mL 10,0 mL, 20 mL, 25 mL. neraca elektrik, statif, klem, corong glass, kertas saring, gelas ukur 250 mL, batang pengaduk, kertas saring whatman, kuvet kaca, mortar, beaker glass (100 mL dan 250 mL), labu ukur (25 mL dan 100 mL), pipet volume (1 mL, 10 mL, dan 250 mL).

b. Bahan yang digunakan adalah larutan I₂ 0,1 N, larutan Na₂S₂O₃ 0,03 N, H₂SO₄ 2N, larutan HCl, serbuk KI, larutan K₂Cr₂O₇, indikator amylum 1%, asam askorbat, aquadest, air suling, dan sampel.

3. Prosedur Kerja

1) Preparasi Sampel

Buah papaya dan sayur brokoli dihaluskan terlebih dahulu dengan cara di blender. Filtrat yang didapat sebanyak 5 g dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL dan tambahkan air suling 100 mL. Campuran lalu disaring menggunakan kertas saring whatman kedalam labu ukur 250 mL lalu dicukupkan dengan air suling sampai tanda batas. Filtrat yang diperoleh siap untuk dijadikan sampel.

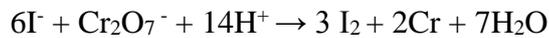
2) Metode Iodimetri

a) Standarisasi Larutan Kalium Dikromat (K₂Cr₂O₇) 0,1N

b) Prinsip

Na₂S₂O₃ dititrasi dengan larutan kalium dikromat (K₂Cr₂O₇) dengan menggunakan indikator kanji 1% sampai terbentuk titik akhir titrasi biru tepat hilang

c) Reaksi



d) Prosedur Kerja

1. Ditimbang 200 mg K₂Cr₂O₇ 0,1 N, masukkan ke dalam erlenmeyer bertutup kaca
2. Diencerkan dengan 0,50 mL air
3. Tambahkan 2 g KI dan 0,05 mL HCl, tutup, disimpan ditempat gelap selama 10 menit
4. Encerkan dengan 100 mL air dan titrasi dengan iodium yang dibebaskan dengan larutan Na₂S₂O₃ 0,1 N menggunakan indikator kanji. Titrasi dengan larutan Na₂S₂O₃ perlahan-lahan hingga titik akhir titrasi warna biru tepat hilang atau TAT.

Tiap mL Na₂S₂O₃ 0,1 N setara dengan 49,04 mg K₂Cr₂O₇

$$\text{Normalitas Na-tiosulfat} = \frac{\text{mg kalium dikromat}}{49,04 \times V \text{ natrium tiosulfat}}$$

Keterangan:

N = Normalitas

mg = mg $K_2Cr_2O_7$

BE = Berat ekivalen dengan nilai kesetaraan

V = Volume titran $Na_2S_2O_3$

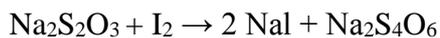
Sumber: (Farmakope edisi V)

3) Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$

a) Prinsip

Larutan $Na_2S_2O_3$ dengan larutan Iodium (I_2) dengan menggunakan indikator amylum 1% sampai terbentuk titik akhir titrasi warna biru tepat hilang

b) Reaksi



c) Prosedur Kerja

1. Digunakan Larutan $Na_2S_2O_3$ dipipet 10,0 mL ke labu erlenmeyer
2. Ditambahkan 2 mL H_2SO_4 2 N
3. Ditambahkan 2 mL larutan amylum 1%.
4. Dititrasi dengan larutan I_2 sampai warna biru tepat hilang atau TAT
5. Dicatat volume I_2 yang telah dipakai dan dihitung konsentrasi dengan rumus

$$\text{Normalitas } I_2 = V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

Keterangan:

V_1 = Volume titran $Na_2S_2O_3$

V_2 = Volume titran I_2

N_1 = Normalitas $Na_2S_2O_3$

N_2 = Normalitas I_2

4) Penetapan kadar vitamin C metode Iodimetri

a) Prinsip

Sampel dititrasi dengan larutan Iodium (I_2) dengan menggunakan indikator amylum 1% sampai terbentuk warna biru atau titik akhir titrasi warna biru stabil

b) Reaksi



c) Prosedur Kerja

1. Dimasukkan larutan I₂ 0,1 N kedalam buret
2. Dipipet 10,0 mL larutan sampel lalu dimasukkan ke Erlenmeyer menggunakan pipet volume 10,0 mL
3. Ditambahkan ± 0,25 mL aquadest dan 25 mL larutan H₂SO₄ 2 N
4. Ditambahkan 5 tetes larutan amilum 1%
5. Dititrasi dengan larutan I₂ 0,1 N sampai warna biru tepat hilang atau TAT.
6. Dicatat I₂ yang telah dipakai dan dihitung kadar dengan menggunakan rumus
7. Kadar vitamin C%
$$\text{Vit C} = \frac{V_{\text{iod}} \times N_{\text{iod}} \times \text{BE Vit C} \times 100}{\text{Berat sebelumnya} \times 0,01 \times V_s}$$

Keterangan:

V iod: Volume peniter

N iod: Normalitas peniter

BE Vitamin C (88,06 gr/grek)

Vs: Volume Sampel

Sumber: (Farmakope edisi V)

Metode Spektrofotometri Uv-Vis

a) Pembuatan larutan induk vitamin C 100 ppm

1. Ditimbang asam askorbat sebanyak 50 mg
2. Dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL
3. Dilarutkan dengan aquades sampai tanda batas

b) Penentuan panjang gelombang maksimum larutan vitamin C

1. Dipipet 0,01 mL larutan vitamin C 100 ppm
2. Dimasukkan ke labu ukur 50 mL (konsentrasi 2 ppm)
3. Ditambahkan aquades sampai tanda batas lalu dihomogenkan
4. Diukur serapan maksimum pada panjang gelombang 200-300 nm dengan menggunakan blangko aquades.

c) Pembuatan Larutan Seri Standar

1. Dipipet larutan vitamin C 100 ppm kedalam labu ukur 50 ml, masing masing 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, dan 8 ppm
2. Ditambahkan aquades sampai tanda batas lalu homogenkan.
3. Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh

Sumber: (Karinda dkk, 2016)

d) Penentuan Kurva Kalibrasi

Dicatat data konsentrasi dan absorbansi yang didapat, dihitung berdasarkan perhitungan regresi linear menggunakan aplikasi Microsoft Excel. Lalu didapatkan kurva kalibrasi dan didapatkan nilai $y = ax + b$ dan hasil nilai R

Keterangan:

Y= absorbansi

X = konsentrasi

Sumber: (Astuti dan Waraztuty, 2015)

e) Penentuan Kadar Sampel

1. Disiapkan sampel yang telah dihaluskan dengan cara di blender
2. Diambil larutannya disaring menggunakan kertas saring whatman
3. Ditimbang sebanyak 50 g
4. Setelah itu filtratnya dimasukkan ke labu ukur 100 mL lalu ditambahkan aquades sampai tanda batas kemudian homogenkan
5. Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum yang didapat

Sumber: (Karinda dkk, 2016)

F. Analisa Data

Untuk mengetahui ada perbedaan hasil analisis vitamin C menggunakan metode Iodimetri dan Spektrofotometri Uv-Vis maka dilakukan uji T-Test dengan cara dibandingkan dengan nilai tabel apabila nilai rata-rata lebih dari 0,05 maka tidak ada perbedaan yang bermakna jika nilai rata-rata kurang dari 0,05 berarti ada perbedaan yang bermakna antara metode iodimetri dan spektrofotometri uv-vis. T-Test merupakan salah satu uji statistika yang digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan (meyakinkan) dari nilai rata-rata sampel di kedua variable yang berbeda. Teknik analisis test T untuk sampel pada analisis ini adalah nilai atau skor dari kedua sampel diambil dari objek yang sama atau dapat juga diambil dari objek yang berbeda namun harus memiliki karakteristik yang sama. Analisa data dalam penelitian menggunakan *Test T* independent dengan cara membandingkan antara kelompok uji iodimetri dengan kelompok uji spektrofotometri Uv-Vis.

G. Etical Clearence

Penelitian ini dilakukan dengan izin, persetujuan yang diberikan oleh Komisi Etik Penelitian Kesehatan. Bahwa penelitian ini tidak merugikan lingkungan