

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Penelitian ini bersifat deskriptif. Variabel penelitian natrium benzoat pada saos tomat yang tidak sesuai dengan peraturan Bahan Tambahan Pangan (BTP) yang diperbolehkan BPOM RI Nomor 36 Tahun 2013 dan data diperoleh melalui kualitatif dengan pereaksi FeCl_3 dengan membentuk endapan merah bata dan kuantitatif dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis melihat kadar natrium benzoat.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

1. Lokasi Penelitian

Penelitian akan dilaksanakan di laboratorium Kimia Amami Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Tanjungkarang.

2. Waktu Penelitian

Waktu penelitian akan dilakukan pada bulan Maret-Mei 2024 di Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Tanjungkarang.

C. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi dalam penelitian ini saos tomat kemasan yang dijual di Pasar Tamin Kota Bandar Lampung.

2. Sampel

Sampel dalam penelitian ini 10 saos tomat kemasan bantalan, karena kemasan bantalan dicurigai tidak memenuhi syarat kadar natrium benzoat yang ditetapkan, sampel yang diambil dengan merk yang berbeda-beda di Pasar Tamin Kota Bandar Lampung.

D. Definisi Operasional

Tabel 3.3 Variabel dan Definisi Operasional

No.	Variabel Penelitian	Definisi operasional	Cara ukur	Alat Ukur	Hasil ukur	Skala
1.	Saos tomat kemasan	Saos tomat kemasan yang diperoleh dari pasar tamin kota bandar lampung yang diperjual belikan saos tomat	Organoleptik	Indra Penglihatan	Warna	Nominal
2.	Natrium benzoat	Identifikasi kandungan natrium benzoat padasaos tomat kemasan. Penetapan kadar natriumbenzoat pada saos tomat kemasan.	Kualitatif Perekasi FeCl_3 Kuantitatif Spektrofotometri	Visual Spektrofotometer UV-Vis	Kualitatif: Positif (+) terbentuknya endapan berwarna kecoklatan Negatif (-) tidak terbentuknya endapan berwarna kecoklatan mg/kg	Nominal Rasio

E. Pengambilan Sampel

Dalam penelitian ini sampel diambil salah satu merek saos tomat kemasan dari masing-masing 10 pedagang saos tomat, dengan merk saos tomat yang berbeda-beda, baik yang sudah terdaftar dalam BPOM maupun yang tidak terdaftar dalam BPOM, dan saos tomat yang berkemasan bantalan, jumlah sampel yang diperiksa 10 sampel saos tomat kemasan yang akan diperiksa di Laboratorium Kimia di Poltekkes Tanjung Karang Jurusan Teknologi Laboratorium Medis.

F. Teknik Pengumpulan Data

1. Metode Pemeriksaan

Metode dalam pemeriksaan ini adalah uji kualitatif dengan pereaksi FeCl_3 , dan dilanjutkan uji kuantitatif dengan spektrofotometri UV-Vis.

a. Alat, Bahan dan Reagensia:

1) Alat

Neraca analitik, kaca arloji, spatula, corong pisah 250 ml dan statif corong pisah, labu ukur 20 mL; 50 mL; 100 mL, erlenmeyer 250 mL, gelas kimia 250 mL, pipet ukur 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 25 mL, pipet

volume 10 ml ;25 ml, pipet tetes, hot plate, kuvet, spektrofotometer UV-Vis.

2) Bahan

Sampel saos tomat kemasan, kertas saring, indikator ph.

3) Reagensia

Amonium Hidroksida (NH_4OH), Asam Klorida (HCl), etanol 70%, Besi III klorida (FeCl_3), Kloroform, Natrium benzoat p.a, Natrium Hidroksida (NaOH) dan Natrium Klorida (NaCl).

b. Pembuatan Pereaksi:

1) Larutan FeCl_3 5% (b/v)

Ditimbang FeCl_3 sebanyak 5 gram, dan tambahkan akuades secukupnya dalam gelas kimia. Kemudian pindahkan kedalam labu ukur 100 mL, tambahkan akuades sampai tanda batas dan digojog hingga rata.

2) Larutan NaOH 10% (b/v)

Timbang NaOH 10 gram, dan tambahkan akuades secukupnya dalam gelas kimia hingga larut. Dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL, ditambahkan akuades sampai tanda batas dan digojog hingga rata.

3) Larutan NaCl jenuh

Dimasukkan NaCl dikit demi sedikit dalam akuades secukupnya dalam gelas kimia sampai larutan tersebut tidak dapat lagi larut. Lalu pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga rata.

4) Larutan HCl (1:3)

Dipipet HCl (p) sebanyak 25 mL. Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang telah diisi dengan aquades secukupnya, kemudian tambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

5) Larutan NH_4OH 10% (v/v)

Dipipet NH_3 pekat (25%) sebanyak 10 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan Larutan Kontrol Positif dan Negatif

Larutan Kontrol Positif berupa larutan natrium benzoat 1 % sedangkan kontrol negatif akuades. (pemeriksaan sama dengan sampel)

2. Prosedur Pemeriksaan Kualitatif (Nurhasnawati,*et al.*, 2023).

- 1) Pembuatan larutan sampel. Di timbang 10 gram sampel (saos tomat) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL.
- 2) Ditambahkan NaOH 10% sebanyak 3 mL agar bersifat basa dan ditambahkan larutan NaCl jenuh sampai tanda batas, dan dihomogenkan lalu dibiarkan semalaman, kemudian disaring. Filtrat ditampung di dalam erlenmeyer 250 mL.
- 3) Dimasukan filtrat ke dalam corong pisah 250 mL, diasamkan menggunakan HCl (1:3) hingga pH 3-4. Kemudian diekstraksi dengan pelarut klorofom sebanyak 3 kali masing-masing sebanyak 25 mL, 15 mL dan 10 mL.
- 4) Ditampung lapisan kloroform dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian diuapkan di atas hot plate dengan suhu 100°C yang berisi air di dalam gelas kimia hingga terbentuk residu.
- 5) Diambil sebagian residu, ditambahkan larutan NH₄OH sampai basa, kemudian penguapan untuk menghilangkan kelebihan NH₄OH, kemudian tambahkan beberapa tetes larutan FeCl₃ 5%.

Interprestasi Hasil:

Positif (+) : Terbentuknya endapan kecoklatan

Negatif (-) : Tidak terbentuknya endapan kecoklatan

3. Prosedur Pemeriksaan Kuantitatif (Nurhasnawati *et al.*,2023).

Analisis kuantitatif dengan Spektrofometri UV-Vis

- 1) Pembuatan larutan baku induk (100 ppm).

Timbang 10 mg natrium benzoat, larutkan dalam akuades secukupnya dan masukkan dalam labu ukur 100 mL. Terakhir, tambahkan etanol 90% sampai tanda batas dan pembuatan larutan baku 10 ppm dengan memipet 5 ml dari larutan baku 100 ppm dan masukkan kedalam labu ukur 50 ml dan tambahkan etanol 90% sampai tanda batas.

2) Pembuatan larutan seri standar (10, 20, 30, 40, dan 50 ppm)

Larutan seri standar dibuat dengan mengukur secara seksama sejumlah 2, 4, 6, 8 dan 10 mL dari larutan induk natrium benzoat 100 ppm, lalu dimasukkan masing-masing larutan seri standar ke dalam labu ukur 20 mL. Tambahkan etanol 90% untuk mengencerkan larutan sampai tanda batas. Selanjutnya, didapat konsentrasi larutan 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm dan pembuatan larutan seri standar (1, 2, 3, 4 dan 5 ppm) larutan seri standar dibuat dengan mengukur secara seksama sejumlah 2, 4, 6, 8 dan 10 mL dari larutan induk natrium benzoat 10 ppm, lalu dimasukkan masing-masing larutan seri standar ke dalam labu ukur 20 mL. Tambahkan etanol 90% untuk mengencerkan larutan sampai tanda batas.

3) Penentuan panjang gelombang maksimum

Penyerapan baku tertinggi yang harus diambil, yaitu pada konsentrasi larutan 50 ppm, diukur dengan spektrofotometer UV- Vis pada panjang gelombang 200-400 nm menggunakan blanko pelarut etanol 90% (Panjang gelombang maksimum natrium benzoat, adalah 271 nm). Panjang gelombang yang dipilih adalah yang menghasilkan nilai absorbansi tertinggi.

4) Pembuatan kurva standar

Larutan seri standar natrium benzoat dengan konsentrasi 1, 2, 4 dan 5 ppm, masing-masing diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Kemudian membuat kurva kalibrasi dan ditentukan koefisien korelasi (r) serta persamaan garis regresi linier. Dengan rumus persamaan sebagai berikut:

$$y = ax + b$$

Keterangan:

y : Absorbansi Sampel

b : Slope

x: Konsentrasi Sampel

a: Kemiringan (Intersep)

Nilai koefisien korelasi (r) harus mendekati 1, karena menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dengan absorbansi yang dihasilkan, sehingga dapat diartikan, nilai absorbansi larutan berbanding lurus

dengan kenaikan konsentrasinya yang sesuai dengan kriteria penerimaan koefisien korelasi (r) yang baik, Jika nilai (r) tidak mendekati satu, maka nilai absorbansi larutan tidak berbanding lurus dengan konsentrasinya dan nilai (r) tidak baik (Alwiyah *et al.*, 2023).

5) Penetapan kadar natrium benzoat pada saos tomat

Untuk membuat larutan sampel, ditimbang 2 mg residu, dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL dan mengencerkannya sampai tanda batas dengan etanol 90%. Larutan diambil 10 mL untuk diencerkan kembali menjadi 20 mL, selanjutnya dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Kadar sampel dihitung berdasarkan persamaan garis regresi linier. Nilai y pada persamaan regresi linier diganti dengan nilai absorbansi sampel sehingga x (C) bisa diketahui.

Rumus penetapan kadar natrium benzoat sebagai berikut:

$$\text{Kadar Natrium Benzoat (mg/kg)} = \frac{C \times V \times Fp}{w}$$

Keterangan:

C = Konsentrasi Natrium Benzoat (mg/L)

V= Volume (L)

fp = Faktor Pengenceran

w = Berat Sampel (kg)

4. Pengolahan Data

Pengolahan Data yang sudah didapat dari hasil penelitian dikerjakan melalui beberapa tahap yaitu sebagai berikut:

- a. Editing yaitu memeriksa kembali data sehingga diperoleh data yang sebenarnya
- b. Coding yaitu memberikan kode pada sampel saos tomat yang diteliti untuk lebih mudah dalam dimasukkan ke program Komputer
- c. Entry yaitu memasukan data yang telah diperoleh dan dikelompokkan kedalam computer untuk diproses lebih lanjut.
- d. Tabulating yaitu menyajikan data yang telah dikelompokkan dalam bentuk tabel.

5. Analisis Data

Dengan analisis data yang digunakan adalah analisis Univariat, dan jenis penelitian metode kualitatif pereaksi FeCl_3 dan kuantitatif spektrofotometri UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimum uji laboratorium. Data yang dihasilkan dalam bentuk tabel untuk dilihat kesesuaian kandungan natrium benzoat dengan standar yang ditetapkan BPOM RI Nomor 36 tahun 2013 yaitu tidak melebihi 1000 mg/kg.