

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Jenis dan Desain Penelitian**

Penelitian ini berjenis penelitian deskriptif yang desainnya yaitu *cross sectional*. Penelitian menggunakan variabel bebas dan variabel terikat, untuk variabel bebas gula merah. Sementara, variabel terikatnya yaitu siklamat. Penelitian dilakukan dengan uji kualitatif menggunakan metode pengendapan untuk melihat apakah sampel positif mengandung siklamat. Jika sampel positif, dilanjutkan menggunakan pengujian kuantitatif yang metodenya gravimetri guna melihat berapa kadar siklamat pada gula merah di es cendol dawet yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung.

#### **B. Lokasi dan Waktu Penelitian**

##### **1. Lokasi**

Pengambilan sampel dilakukan di beberapa lokasi, yaitu Pasar Way Kandis, Pasar Perumnas Way Kandis, Jalan Ratu Dibalau Tanjung Senang, serta Pasar Untung Labuhan Dalam yang ada di Kecamatan Tanjung Senang, Kota Bandar Lampung.

##### **2. Waktu**

Pemeriksaan sampel tersebut dilaksanakan di Laboratorium Unit Terpadu, Program Studi Teknologi Laboratorium Medis, Poltekkes Kemenkes Tanjungkarang. Pada periode bulan Januari 2025 – Februari 2025.

#### **C. Populasi dan Sampel Penelitian**

##### **1. Populasi**

Populasi dalam analisis ini yaitu 8 sampel gula merah di es cendol dawet pada 8 pedagang berbeda, yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung.

##### **2. Sampel**

Setelah melakukan observasi di Kecamatan Tanjung Senang, didapatkan 8 sampel gula merah di es cendol dawet yang dijual oleh 8 pedagang berbeda. Sampel yang diambil pada penelitian ini mencakup jumlah total dari keseluruhan populasi gula merah yang akan dibeli dengan wadah terpisah dari

es cendol dawet, yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung.

## D. Variabel dan Definisi Operasional

Tabel 3.1 Variabel dan definisi operasional

No.	Variabel Penelitian	Definisi	Cara ukur	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala Ukur
1	Gula Merah	Gula merah di es cendol dawet yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung	Visual	Visual (Indera mata)	Gula merah pada es cendol dawet	Nominal
2	Siklamat	Zat pemanis buatan yang terdapat di dalam gula merah di es cendol dawet yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung	Uji Kualitatif Pengendapan	Visual (Indera Mata)	(+) Positif = Ada endapan putih (-) Negatif = Tidak ada endapan putih	Nominal
			Uji Kuantitatif Gravimetri	Neraca Analitik	Kadar (mg/kg)	Rasio

## E. Pengumpulan Data

### 1. Pengambilan Sampel

Sebelum melakukan penelitian, terlebih dahulu melakukan pengajuan usulan surat izin penelitian kepada Direktur Politeknik Kesehatan Tanjungkarang. Setelah mendapatkan surat izin, selanjutnya melakukan pengambilan sampel dengan cara membeli 2 sampel perhari di pagi hari. Sampel yang dibeli berupa gula merah yang terpisah dengan wadah es cendol dawet. Kemudian sampel diberikan kode label sebagai identitas sampel seperti kode sampel, tanggal pengambilan, dan waktu pengambilan.

### 2. Pemeriksaan Laboratorium

Sampel yang sudah dibeli akan dibawa ke Unit Laboratorium Terpadu, Politeknik Kesehatan Tanjungkarang. Selanjutnya, dilakukan pemeriksaan uji kualitatif cara mengendapan dan uji kuantitatif yang metodenya gravimetri dengan pengulangan 3 kali pada masing-masing sampel untuk mendapatkan hasil yang valid.

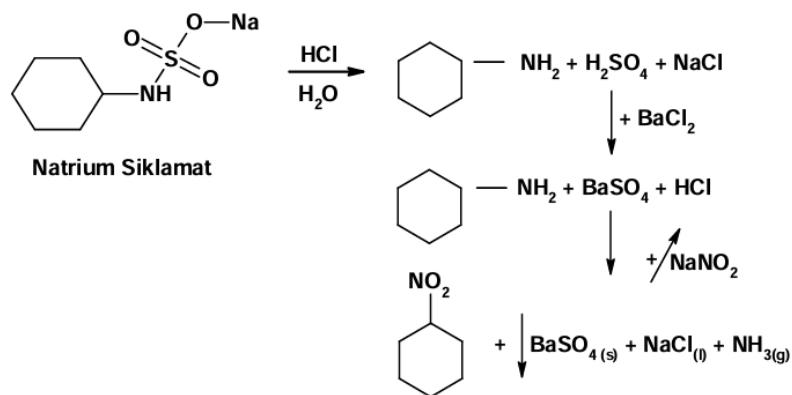
### Prinsip Pemeriksaan :

#### 1) Uji kualitatif metode pengendapan

Prinsip dasar yang digunakan ialah terbentuknya endapan putih akibat reaksi antara barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) dengan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), yang berasal dari reaksi antara siklamat dengan natrium nitrit ( $\text{NaNO}_2$ ), dengan suasana asam kuat. Reaksi ini menunjukkan adanya siklamat dalam yang diujikan (SNI, 1992).

#### 2) Uji kuantitatif metode gravimetri

Prinsip gravimetri ialah penentuan kadar siklamat dilihat dengan menyaring endapan putih yang terbentuk dari  $\text{BaSO}_4$  melalui kertas penyaringan *whatman* no 42. Endapan yang terbentuk lalu dikeringkan dan dilakukan penimbangan melalui neraca analitik hingga mendapatkan berat yang konstan (Susilo, 2013).



Sumber : Wattiheluw, 2024

Gambar 2.3 Reaksi terbentuknya endapan barium sulfat

#### a. Alat yang digunakan

Pada analisis ini menggunakan alat-alat seperti : Timbangan neraca analitik, Oven, Desikator, Cawan arloji, Batang pengaduk, Spatula, Karet penghisap (rubber bulb), Gelas ukur (100mL), Beaker glass (100 mL), kertas saring whatman (no 42 diameter 9 cm), corong, Erlenmeyer (250 mL), Labu Ukur (250 mL), Aluminium foil, *Hot plate*, Pipet ukur (50 mL dan 10 mL).

#### b. Bahan yang digunakan

Berbagai bahan yang dimanfaatkan di antaranya Asam klorida 10% ( $\text{HCl}$  10%), Natrium nitrit 10% ( $\text{NaNO}_2$ ), Barium klorida ( $\text{BaCl}_2$  10%), gula merah di es cendol dawet, aquadest, Natrium siklamat.

#### c. Prosedur Kerja

1) Prosedur Pengambilan Sampel

- a) Sampel didapatkan dari pedangan es cendol dawet yang berada di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung
- b) Sampel yang dibeli yaitu gula merah yang diambil secara terpisah dari es cendol dawet yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung
- c) Kemudian sampel dibeli dan dikemas
- d) Sampel diberi kode atau identitas untuk dibawa ke Laboratorium Unit Terpadu Poltekkes Kemenkes Tanjungkarang untuk dilakukan penelitian.
- e) Dokumentasi pada produk sampel yang sudah dibeli.

2) Pembuatan Reagen Kerja

a) Pembuatan Larutan HCl 10%

Asam klorida 37% (HCl) dipipet sebanyak 67,5 mL lalu dimasukkan ke labu ukur 250 mL kemudian dimasukkan aquadest hingga tanda batasnya, setelah itu homogenkan.

b) Pembuatan Larutan BaCl<sub>2</sub> 10%

Barium klorida (BaCl<sub>2</sub>) ditimbang sebanyak 25 gram, lalu dimasukkan ke labu ukur 250 mL kemudian dimasukkan aquadest hingga tanda batasnya, setelah itu homogenkan.

c) Pembuatan larutan NaNO<sub>2</sub> 10%

Natrium nitrit (NaNO<sub>2</sub>) ditimbang sebanyak 25 gram, lalu dimasukkan ke labu ukur 250 mL kemudian dimasukkan aquadest hingga tanda batasnya, setelah itu homogenkan.

3) Pemeriksaan Natrium Siklamat

a. Kontrol Positif

1. Ditimbang 25 gram natrium siklamat lalu dimasukkan ke erlenmeyer ukuran 250 mL, kemudian dimasukkan aquadest hingga tanda batasnya setelah itu dihomogenkan.
2. Kemudian ditambahkan 10 mL HCl 10% dan 10 mL BaCl<sub>2</sub> 10%, lalu homogenkan dan didiamkan dalam waktu 30 menit.
3. Setelah 30 menit, larutan dilakukan penyaringan dengan kertas *whatman* no 42 diamter 9 cm.

4. Lalu hasil filtrat ditambahkan dengan 10 mL NaNO<sub>2</sub> 10% dan dipanaskan diatas *hotplate*
  5. Endapan putih yang terbentuk menandakan bahwa larutan yang diperiksa positif mengandung natrium siklamat.
- b. Kontrol Negatif
1. Dipipet 25 mL aquadest lalu masukkan ke erlenmeyer ukuran 250 mL, kemudian dimasukkan aquadest hingga tanda batasnya setelah itu dihomogenkan.
  2. Kemudian tambahkan 10 mL HCl 10% dan 10 mL BaCl<sub>2</sub> 10%, lalu homogenkan lalu didiamkan dalam waktu 30 menit.
  3. Sesudah 30 menit, larutan dilakukan penyaringan dengan kertas *whatman* no 42 diameter 9 cm.
  4. Lalu hasil filtrat dimasukkan 10 mL NaNO<sub>2</sub> 10% dan diberikan panas diatas *hotplate*.
  5. Jika tidak terdapat endapan putih yang terbentuk menandakan bahwa larutan yang diperiksa negatif mengandung natrium siklamat.
- c. Pemeriksaan Kualitatif Metode Pengendapan (Rasyid dkk., 2022)
1. Menyiapkan alat dan bahan yang dimanfaatkan untuk pemeriksaan.
  2. Mengambil Kertas saring menggunakan pinset dimasukkan ke oven dalam kurun waktu 30 menit yang temperaturnya 100°C, kemudian kertas saring ditimbang.
  3. Ditimbang 25 gr sampel gula merah, masukkan ke dalam beaker glass.
  4. Ditambahkan 10 mL larutan HCl 10% dan 10 mL larutan BaCl<sub>2</sub> 10%, homogenkan dan didiamkan dalam waktu 30 menit.
  5. Sesudah 30 menit, larutan dilakukan penyaringan dengan kertas *whatman* no 42 diameter 9 cm.
  6. Larutan yang sudah disaring dimasukkan 10 mL NaNO<sub>2</sub> 10%.
  7. Kemudian diberikan panas dengan *hotplate* dengan suhu 125-130°C dalam waktu 30 menit.
  8. Amati hasilnya, jika terbentuk endapan putih maka dilanjutkan ke uji kuantitatif.

### Interpretasi Hasil Metode Pengendapan

- a) Positif (+) : Terbentuk adanya endapan putih pada sampel
- b) Negatif (-) : Tidak terbentuk adanya endapan putih pada sampel
- d. Pemeriksaan Uji Kuantitaif dengan Metode Gravimetri (Khasanah dan Sya'ban, 2023)
  1. Menyiapkan alat dan bahan yang dimanfaatkan untuk pemeriksaan.
  2. Ditimbang 25 gr sampel menggunakan beaker glass.
  3. Kemudian ditambahkan 10 mL larutan HCl 10% dan 10 mL larutan BaCl<sub>2</sub> 10%, homogenkan dan didiamkan dalam waktu 30 menit.
  4. Sesudah 30 menit, larutan dilakukan penyaringan dengan kertas *whatman* no 42 diameter 9 cm.
  5. Lalu larutan yang sudah disaring dimasukkan 10 mL NaNO<sub>2</sub> 10%.
  6. Kemudian diberikan panas dengan *hotplate* dengan temperatur 125-130°C dalam waktu 30 menit.
  7. Amati endapan putih yang terbentuk, jika terdapat endapan putih menandakan sampel mengandung siklamat.
  8. Kemudian endapan putih tersebut disaring menggunakan kertas *whatman* no 42 diameter 9 cm dan dikeringkan dengan temperatur 60°C dalam waktu 30 menit di oven.
  9. Ambil menggunakan pinset, lalu masukkan ke desikator dalam waktu 10 menit lalu ditimbang, lakukan pengulangan sampai mendapatkan hasil yang konstan (0,0005).

### Interpretasi Hasil Metode Gravimetri (BPOM RI No. 11, 2019)

- a) Memenuhi syarat : Apabila kadar siklamat pada sampel  $\leq 250 \text{ mg/kg}$  maka sampel dinyatakan memenuhi syarat kategori nilai ambang batas BPOM RI No.11 tahun 2019.
- b) Tidak memenuhi syarat : Apabila kadar siklamat dalam sampel  $> 250 \text{ mg/kg}$  maka sampel dinyatakan tidak terpenuhinya syarat kategori nilai ambang batas BPOM RI No. tahun 2019.

Cara hitung sebagai kadar asam siklamat

$$\text{Faktor Gravimetri} = \frac{\text{Mr Asam Siklamat}}{\text{Mr Barium Sulfat}} = \frac{179,24}{233,40} = 0,7679$$

$$\text{Kadar siklamat} = \frac{\text{Berat Endapan (b-a) (mg)}}{\text{Berat Sampel (kg)}} \times \text{FG}$$

**Keterangan :**

FG : Faktor gravimetri (0,7679)

Berat endapan : Endapan kering yang terbentuk (mg)

a : Berat kertas saring (mg)

b : Berat kertas saring dan Endapan (mg)

Berat sampel : Jumlah sampel yang digunakan (kg)

## F. Pengolahan dan Analisis Data

### 1. Pengolahan Data

Data yang sudah didapatkan dari hasil penelitian lalu diolah melalui beberapa tahap, yaitu :

- a. *Editing* ialah mengevaluasi ulang data, agar diperoleh data yang akurat.
- b. *Coding* ialah memberikan nomor pada sampel gula merah yang akan diperiksa.
- c. *Entry* ialah proses memasukkan data yang sudah diperoleh dari analisis ke dalam komputer.
- d. *Tabulating* ialah menyajikan data yang telah diklasifikasikan dalam bentuk tabel.

### 2. Analisis Data

Data diperoleh dari pemeriksaan kandungan kadar asam siklamat pada gula merah di es cendol dawet yang dijual di Kecamatan Tanjung Senang Kota Bandar Lampung dengan analisis data yang bersifat univariat. Analisis ini menerapkan uji kualitatif metode pengendapan dan jika didapatkan hasil positif pada sampel maka akan dilakukan uji kuantitatif metode gravimetri. Data yang sudah tersedia, dijelaskan berbentuk tabel guna memperlihatkan persentase dan kadar gula merah di es cendol dawet yang memiliki kandungan siklamat.