

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi adalah wilayah generalisasi yang terdiri atas obyek atau subyek yang mempunyai kualitas dan karakteristik tertentu yang ditetapkan oleh peneliti untuk dipelajari dan kemudian ditarik kesimpulannya (Sugiyono, 2011). Populasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ikan asin yang dari beberapa Pasar wilayah Kecamatan Jebres, Surakarta.

2. Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 5 sampel ikan asin jambal yang diambil di 5 Pasar wilayah Kecamatan Jebres, Surakarta.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah formalin yang terkandung dalam ikan asin.

2. Klasifikasi Variabel Utama

Variabel bebas adalah variabel yang dapat mempengaruhi atau yang menjadi sebab perubahan atau timbulnya variabel terikat. Variabel bebas

dalam penelitian ini adalah ikan asin di pasar wilayah Kecamatan Jebres, Surakarta

Variabel terikat adalah variabel yang dipengaruhi atau yang menjadi suatu akibat karena adanya variabel bebas. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah formalin dalam ikan asin.

Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah proses penelitian, waktu penelitian, kondisi alat spektrofotometer UV-Vis

3. Definisi Operasional Variabel Utama

Operasional variabel utama dalam penelitian ini ikan asin yang mengandung. Formalin yang diambil dari pasar wilayah Kecamatan Jebres, Surakarta. Metode yang digunakan untuk penentuan kadar formalin pada ikan asin dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang yang sesuai.

C. Bahan dan Alat

1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan asin, Aquadestilata, Formaldehid 37%, Asam Fosfat 10%, Asam Sulfat 60%, Asam Kromatofat 0,5%

2. Alat

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer UV-Vis 1800 shimadzu, Mikropipet 1 – 5mL, Mortir

dan stamfer, tabung reaksi, rak tabung reaksi, pipet tetes, beaker gelas, gelas ukur, labu ukur, destilator, penangas air.

D. Metode Penelitian

1. Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel yang digunakan untuk penelitian adalah ikan asin yang dibeli dari Pasar wilayah Kecamatan Jebres, Surakarta.

2. Analisis Kualitatif

Sampel ditimbang sampel masing-masing sebanyak 5 gram lalu dihaluskan. Sampel yang telah halus dimasukkan ke labu destilasi ditambahkan aquadestilla 100 ml dan 2 ml H_3PO_4 . Labu destilasi dipasang pada rangkaian alat destilasi dan hasil destilat ditampung di labu Erlenmeyer diambil filtrat dimasukkan dalam tabung reaksi yang telah disiapkan ditambahkan sebanyak 5ml asam kromatofat 0,5 %. Formalin positif apabila terjadi perubahan warna larutan menjadi Ungu.

3. Analisis Kuantitatif

3.1. Penyiapan bahan baku dan pereaksi

3.1.1. Pembuatan Asam kromatofat 0,5 % ditimbang 0,5 gram asam kromatofat 0,5% kemudian dilarutkan dalam asam sulfat 60%

dengan memipet 62,5mL asam sulfat pekat kemudian diencerkan dengan aquadestilata 100 mL

3.1.2. Pembuatan Asam Sulfat 60 % diukur asam sulfat 60 % sebanyak 62,5 mL ditambahkan aquadest 100 mL sampai tanda batas.

3.1.3. Pembuatan Asam Fosfat 10% diukur asam fosfat 10 % sebanyak 11,8 mL dimasukkan kedalam labu takar 100mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas

3.1.4. Pembuatan larutan standar formalin diambil sebanyak 0,02 mL formalin 37% ditambahkan aquadestilata sebanyak 50 mL sehingga diperoleh larutan baku formalin 148 ppm.

3.2.Penentuan Panjang gelombang dan Operating time.

3.2.1. Penentuan panjang gelombang diambil 2 mL larutan standar formalin kemudian ditambah dengan pereaksi asam kromatofat 5 mL lalu dipanaskan sampai berubah warna menjadi ungu, kemudian dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan dilarutkan dengan aquadestilata, dibaca standar formalin pada panjang gelombang 500-700nm.

3.2.2. Penentuan *operating time* diambil 2 mL larutan standar formalin kemudian ditambah dengan pereaksi asam kromatofat 5 mL lalu dipanaskan sampai berubah ungu kemudian dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan melarutkan dengan aquadestilata,

dibaca dalam waktu 30 menit, dilihat absorbansi yang stabil untuk penentuan operating time.

3.2.3. Pembuatan kurva kalibrasi Penentuan kurva kalibrasi dilakukan setelah mendapatkan waktu kestabilan zat dan lambda maksimal. Kurva kalibrasi ini dibuat dengan 7 konsentrasi, yaitu 11,84 ppm; 14,8 ppm; 17,76 ppm; 20,72 ppm; 23,68 ppm; 26,64 ppm; 29,6 ppm dari larutan formalin, aquades dan pereaksi Asam Kromatofat 0,5%. Penambahan pereaksi Asam Kromatofat akan mengubah larutan menjadi berwarna ungu.

3.3. Validasi Metode

3.3.1. Presisi dibuat dari konsentrasi 17,76 ppm dari larutan baku 148 ppm sebanyak 10 kali pengulangan. Masukkan dalam labu takar 25 mL ditambah 5 mL larutan asam kromatofat 0,5% dalam asam sulfat 60% kemudian dipanaskan dalam penangas air selama 5 menit akan berubah warna ungu, tambahkan aquadestilata sampai tanda batas, dibaca pada panjang gelombang 594nm.

3.3.2. Akurasi dibuat dengan konsentrasi 16,58 ppm; 20,72 ppm; 24,86 ppm. Masukkan dalam labu takar 25 mL ditambah 5 mL larutan asam kromatofat 0,5% dalam asam sulfat 60% kemudian dipanaskan dalam penangas air selama 5 menit akan berubah warna ungu, tambahkan aquadestilata sampai tanda batas, dibaca pada panjang gelombang 594 nm sebanyak 3x pengulangan.

3.3.3. Linieritas pada baku formalin 37% 148 ppm, dibuat dengan konsentrasi 11,84 ppm; 14,8 ppm; 17,76 ppm; 20,72 ppm; 23,68 ppm; 26,64 ppm; 29,6 ppm. Dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 594 nm. Sehingga dimasukkan dalam persamaan $y = a+bx$

3.4.Preparasi sampel ditimbang masing-masing sebanyak 5 gram sampel lalu dihaluskan. Sampel yang telah halus dimasukkan ke labu destilasi ditambahkan aquades 100 ml dan 2 ml H_3PO_4 10%. Labu destilasi dipasang pada rangkaian alat destilasi dan hasil destilat ditampung di labu Erlenmeyer.

3.5.Penetapan kadar formalin dalam sampel diambil hasil destilat sebanyak 2 mL dan asam kromatofat 0,5% sebanyak 5 mL dalam 25mL labu takar, kemudian panaskan dalam penangas air selama 5 menit. Larutan selanjutnya dibaca nilai absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis dengan panjang gelombang 594 nm.

E. Analisis Hasil

Metode yang dipakai dalam analisis kadar formalin dalam ikan asin ini menggunakan pembacaan absorbansi (y) yang kemudian dilakukan perhitungan menggunakan persamaan regresi linier dengan rumus $y = a + b x$, akan didapatkan nilai (x) sebagai konsentrasi / ppm sampel dimana :

$$y = a + b x$$

y = absorbansi

a = tetapan regresi (menyatakan *interstep*)

b = koefisien regresi (menyatakan *slope*)

x = konsentrasi

F. Skema Penelitian

