

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi yang digunakan pada penelitian ini adalah tablet tambah darah yang diperoleh dari apotek di kecamatan Kartasura, kabupaten Sukoharjo.

2. Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian adalah tablet tambah darah yang mengandung variasi besi (II) sebagai ferro fumarat, dan ferro glukonat yang dibeli secara acak dari apotek di kecamatan Kartasura, kabupaten Sukoharjo.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi variabel utama

Variabel utama pada penelitian ini yang pertama adalah variasi kandungan besi (II) dalam tablet tambah darah sebagai ferro fumarat, dan ferro glukonat.

Variabel utama pada penelitian ini yang kedua adalah kadar besi (II) dalam tablet tambah darah dapat dianalisis kadar besi (II) menggunakan metode permanganometri.

2. Klasifikasi variabel utama

Variabel utama yang telah diidentifikasi dapat dikelompokkan menjadi variabel bebas, variabel tergantung, dan variabel kontrol.

Variabel bebas merupakan variabel yang dapat diubah dan dapat mempengaruhi variabel tergantung. Variabel bebas pada penelitian ini yaitu variasi kandungan besi (II) dalam tablet tambah darah sebagai ferro fumarat, dan ferro glukonat .

Variabel tergantung merupakan pokok masalah dari penelitian. Variabel tergantung pada penelitian ini yaitu kadar besi (II) dalam tiap sampel tablet tambah darah.

Variabel kontrol merupakan variabel yang dapat dikendalikan dan mempengaruhi variabel tergantung. Variabel kontrol pada penelitian ini yaitu:

1. Pengkondisian proses titrasi permanganometri agar tetap pada kondisi yang stabil, seperti pengkondisian ruangan agar tetap gelap atau minim cahaya, dan terhindar dari cahaya matahari.

2. Penyimpanan larutan kalium permanganat (KMnO_4) dalam botol coklat agar terhindar dari cahaya matahari yang dapat mempercepat dekomposisi atau merusak KMnO_4 .

3. Definisi operasional variabel utama

Pertama, sampel tablet tambah darah adalah sampel yang memiliki variasi kandungan besi (II) dalam tablet tambah darah yang berbeda sebagai ferro fumarat, dan ferro glukonat.

Kedua, kadar besi (II) adalah kadar besi (II) yang tertera pada etiket sampel tablet tambah darah yang dianalisis dengan metode permanganometri untuk menetapkan kadar besi (II) dalam tablet tambah darah.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain timbangan analitik, gelas beaker, labu ukur, erlenmeyer, pipet tetes, pipet volume, corong, gelas ukur, spatel, kaca arloji, termometer, kaki tiga, kawat kasa, bunsen, mortir, stamper, dan buret coklat.

2. Bahan`

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain kalium permanganat (KMnO_4) pro analisa, asam oksalat dihidrat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) pro analisa, asam sulfat (H_2SO_4) 98% pro analisa, ferro sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) pro analisa, aquades, glass wool, spiritus, dan sampel tablet tambah darah.

D. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan

1.1 Pembuatan larutan standar primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Sebanyak 0,6303 gram $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ditimbang, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan aquades hingga tanda batas kocok hingga larut.

1.2 Pembuatan larutan standar sekunder KMnO_4 0,1 N

Sebanyak 3,1608 gram kalium permanganat (KMnO_4) ditimbang, kemudian dimasukkan dalam beaker glass 1 L, ditambahkan dengan aquades yang sudah dipanaskan sampai mendidih hingga tanda batas. Larutan didinginkan dan tutup dengan kaca arloji, setelah dingin larutan disaring dengan glass wool, lalu disimpan dalam botol coklat.

1.3 Pembuatan larutan H_2SO_4 2 N

Sebanyak 27,8 mL larutan asam sulfat (H_2SO_4) 98% diambil kemudian dimasukkan secara perlahan ke dalam beaker glass 500 mL yang telah berisi sedikit aquades, kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas aduk sampai homogen, lalu disimpan dalam botol kaca.

2. Standarisasi larutan sekunder KMnO_4 0,1 N dengan larutan standar primer $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Larutan KMnO_4 0,1 N yang telah dibuat distandarisasi dengan larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N. Pipet 15 mL larutan $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N, dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian ditambah 10 mL H_2SO_4 2 N. Larutan tersebut dipanaskan hingga suhu 60°C - 70°C , lalu titrasi dengan KMnO_4 hingga berwarna merah muda keunguan yang konstan. Titrasi tersebut diulangi sebanyak lima kali replikasi dan dicatat volume titik akhir titrasi dengan ditandai berubahnya larutan menjadi warna merah muda keunguan, lalu dihitung berapa volume titik akhir titrasi yang terukur.

3. Penentuan kadar sulfat heptahidrat

Sebanyak 0,4 g sulfat heptahidrat ditimbang lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan dilarutkan dengan aquades 35 mL dan ditambahkan 10 mL H_2SO_4 2 N. Prosedur diulang sebanyak lima kali replikasi dan dicatat volume titik akhir titrasi dengan ditandai larutan berwarna merah keunguan.

4. Validasi Metode

4.1 Penentuan linieritas

Sebanyak 6 seri konsentrasi dari larutan baku ferro sulfat dititrasi dengan kalium permanganat kemudian dibaca hasil titrasi dan dicari persamaan regresi liniernya.

4.2 Penentuan akurasi

Sebanyak 3 seri konsentrasi dari larutan baku ferro sulfat dititrasi dan direplikasi masing-masing konsentrasi sebanyak tiga kali dengan kalium permanganat kemudian dibaca hasil titrasi dan dicari persamaan regresi liniernya.

4.3 Penentuan Presisi

Sebanyak 1 seri konsentrasi dari larutan baku ferro sulfat yang memenuhi syarat dimasukkan dalam 6 labu tentukur dan dititrasi dengan kalium permanganat kemudian dibaca hasil titrasi.

4.4 Penentuan LOD & LOQ

Sebanyak 6 seri konsentrasi dari larutan baku ferro sulfat dititrasi dengan kalium permanganat kemudian dibaca hasil titrasi dan dicari hasil persen vxo.

4.5 Penentuan Selektivitas

Membandingkan hasil analisis kadar suatu sampel murni tanpa pengganggu ion dan analisis suatu sampel dengan analit pengganggu apakah metode tersebut selektif.

4.6 Penentuan Kekuatan

Membandingkan hasil analisis kadar suatu sampel murni tanpa pengganggu ion dan analisis suatu sampel dengan analit pengganggu apakah metode tersebut tetap tidak terpengaruh terhadap adanya analit atau pengganggu.

4.7 Penentuan Kisaran

Hasil parameter akurasi, presisi, dan linieritas dapat memenuhi syarat.

5. Titrasi kadar sampel tablet tambah darah

5.1 Penentuan kadar besi (II) pada sampel tablet tambah darah

Sebanyak 20 tablet tambah darah ditimbang satu per satu untuk keseragaman bobot tablet. Sampel tablet tambah darah digerus kemudian ditimbang sesuai hasil pembagian rata sampel, lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan dilarutkan dengan aquades 20 mL dan ditambahkan 10 mL H_2SO_4 2 N. Prosedur diulang sebanyak empat kali replikasi dan dicatat volume titik akhir titrasi dengan ditandai larutan berwarna merah muda keunguan, lalu dihitung berapa kadar besi (II) yang terukur dalam sampel tablet tambah darah.

E. Analisis Hasil

Analisis hasil pengujian kadar besi (II) dalam tablet tambah darah dengan variasi kandungan besi (II) dalam tablet tambah darah sebagai ferro fumarat, dan ferro glukonat dengan metode titrasi permanganometri. Data hasil penelitian dianalisis kemudian disimpulkan.