

BAB III METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi merupakan keseluruhan objek penelitian atau objek yang diteliti. Populasi dalam penelitian ini adalah bahan baku natrium siklambat berbagai merek.

Sampel merupakan objek yang diteliti dan dianggap mewakili seluruh populasi. Sampel pada penelitian ini adalah bahan baku natrium siklambat supelco.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama merupakan suatu atribut atau sifat atau nilai dari orang, obyek atau kegiatan yang mempunyai variasi tertentu yang ditetapkan oleh peneliti untuk dipelajari dan ditarik kesimpulannya. Variabel utama dalam penelitian ini adalah pengaruh perbedaan suhu terhadap kadar natrium siklambat menggunakan metode nitrimetri.

2. Klasifikasi Variabel Utama

Variabel utama diklasifikasikan menjadi dua variabel, variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas adalah variabel independen atau variabel yang mempengaruhi variabel lain, variabel bebas merupakan penyebab perubahan variabel lain. Dalam model struktural variabel bebas juga disebut variabel endogen. Variabel bebas pada penelitian ini adalah suhu yang digunakan saat analisis analit.

Variabel terikat adalah variabel dependen atau variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas, variabel terikat merupakan akibat dari variabel bebas. Variabel terikat penelitian ini adalah kadar natrium siklambat dalam bahan baku natrium siklambat.

3. Definisi Operasional Variabel Utama

Definisi operasional variabel utama adalah uraian tentang batasan yang dimaksud, atau tentang apa yang diukur oleh variabel yang bersangkutan. Definisi operasional variabel utama merupakan hal yang penting, agar variabel dapat diukur dengan menggunakan instrumen atau alat ukur, maka variabel harus diberi batasan (Notoatmodjo, 2018). Definisi operasional variabel utama adalah natrium siklambat.

Natrium siklamat adalah bentuk garam dari pemanis siklamat yang memiliki rasa manis dan tidak diikuti rasa pahit. Rasa manis pada siklamat memiliki intensitas rasa manis yang 30 kali lebih manis dari sukrosa.

Nitrimetri adalah metode titrasi yang menggunakan reaksi diazotasi pada gugus amin aromatis primer dengan asam nitrit dengan suasana asam dalam prosesnya. Nitrimetri dapat digunakan untuk menetapkan kadar natrium siklamat, dengan mereaksikan gugus amin aromatis primer pada natrium siklamat dengan natrium nitrit dalam keadaan asam.

Suhu merupakan salah satu faktor yang berpengaruh dalam titrasi nitrimetri. Suhu yang optimal digunakan pada titrasi nitrimetri adalah $0 - 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ agar pembentukan garam diazonium dapat berjalan dengan baik.

C. Bahan dan Alat

Alat yang digunakan meliputi mikro buret 10 mL, buret 50 mL, statif, klem, pipet volume, timbangan analitik ohaus, pipet *pump*, Erlenmeyer, gelas piala, labu tentukur, corong kaca, batang pengaduk dan spatula.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah baku murni natrium siklamat supelco, akuades, natrium nitrit, amylum, dan asam hidroklorida encer.

D. Jalannya Penelitian

1. Uji kualitatif bahan baku natrium siklamat

Melarutkan 500 mg bahan baku natrium siklamat dengan 100 mL akuadestillata hingga larut lalu menambahkan 10 mL larutan HCl 10%. Menambahkan 10 mL larutan BaCl_2 10% dan mendinginkan larutan selama 30 menit, lalu menyaring larutan uji dengan kertas saring Whatman 42. Menambahkan 10 mL NaNO_2 10%, lalu memanaskan di atas penangas air. Hasil positif ditandai dengan adanya endapan putih BaSO_4 (BSN, 1992).

2. Preparasi larutan sekunder natrium nitrit 0,01 N 1000 mL

Menimbang 0,69 gram kristal natrium nitrit dan memasukkan ke dalam gelas beaker 1000 mL. Menambahkan akuades hingga 1000 mL dan dihomogenkan.

3. Pembakuan natrium nitrit

Menimbang \pm 17,3 mg asam sulfanilat dan memasukkan ke dalam Erlenmeyer. Menambahkan 10 mL air dan 20 mL HCl pekat hingga larut. Mendinginkan dengan es hingga suhu 10 – 15 °C. Menambahkan 2 tetes indikator dalam trepeolin oo dan metilen blue. Melakukan titrasi dengan larutan natrium nitrit 0,01 N hingga mencapai titik akhir titrasi. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi warna biru kehijauan dan perubahan warna pada saat menggoreskan hasil titrasi ke pasta kanji iodida yang berubah menjadi biru.

4. Preparasi larutan bahan baku natrium siklamat 1%

Menimbang larutan baku natrium siklamat sebanyak 100 mg dan memasukkan ke dalam labu tentukur 10 mL. Menambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Mengencerkan menjadi beberapa konsentrasi untuk dianalisis.

5. Analisis pengaruh perbedaan suhu pada kadar bahan baku natrium siklamat menggunakan metode nitrimetri

Mengambil 10 mL baku natrium siklamat 0,10 % ke dalam Erlenmeyer, lalu melarutkan dalam campuran 50 mL air – 5 mL asam hidroklorida encer. Memanaskan analit selama 30 menit agar natrium siklamat terhidrolisis, lalu mendinginkan hingga mencapai 3 variasi suhu yaitu 5 °C, 10 °C, 15 °C. Melakukan titrasi sampel dengan menggunakan natrium nitrit 0,1 N sebagai titran, hingga terbentuk warna biru pada kertas kanji iodida.

5. Validasi metode

5.1 Linearitas. Membuat deret larutan standar baku siklamat dengan konsentrasi 0,08; 0,10; 0,12; 0,14; dan 0,16 % ke dalam labu tentukur 25 mL dan dipanaskan terlebih dahulu selama 30 menit. Melakukan titrasi dengan mengambil 10 mL baku natrium siklamat ke dalam Erlenmeyer, lalu melarutkan dalam campuran 50 mL air – 5 mL asam hidroklorida encer. Melakukan titrasi dengan menggunakan natrium nitrit 0,1 N sebagai titran, hingga terbentuk warna biru pada kertas kanji iodida.

5.2 Akurasi. Membuat 3 seri konsentrasi 0,08; 0,12; dan 0,16 % ke dalam labu tentukur 25 mL dan dipanaskan terlebih dahulu selama 30 menit. Melakukan titrasi dengan mengambil 10 mL baku natrium siklamat ke dalam Erlenmeyer, lalu melarutkan dalam campuran 50 mL air – 5 mL asam hidroklorida encer. Melakukan titrasi

dengan replikasi tiga kali setiap konsentrasi menggunakan natrium nitrit 0,1 N sebagai titran, hingga terbentuk warna biru pada kertas kanji iodida.

5.3 Presisi. Membuat seri konsentrasi 0,12 % ke dalam labu tentukur 100 mL dan dipanaskan terlebih dahulu selama 30 menit. Melakukan titrasi dengan mengambil 10 mL baku natrium siklambat ke dalam Erlenmeyer, lalu melarutkan dalam campuran 50 mL air – 5 mL asam hidroklorida encer. Melakukan titrasi dengan replikasi enam kali menggunakan natrium nitrit 0,1 N sebagai titran, hingga terbentuk warna biru pada kertas kanji iodida.

E. Analisis Hasil

Kadar bahan baku natrium siklambat yang didapatkan dari masing-masing perlakuan suhu, kemudian dilakukan uji normalitas dan homogenitas yang bertujuan untuk mengetahui kadar bahan baku natrium siklambat dari berbagai suhu terdistribusi normal dan homogen. Kadar bahan baku natrium siklambat dianalisis menggunakan pengujian normalitas, Chi-Square, dan Saphiro wilk dilakukan dengan menggunakan *software* SPSS.