

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi merupakan semua target yang menjadi sumber pengambilan sampel. Populasi dalam penelitian ini adalah es krim yang beredar di Kota Surakarta.

Sampel merupakan bagian dari populasi yang dipilih sebagai sumber data untuk menjawab permasalahan penelitian. Dalam studi ini, sampel yang digunakan adalah produk es krim yang tersedia di wilayah Kota Surakarta. Produk es krim tersebut dibeli dalam kondisi baru dibeli (fresh) setelah proposal penelitian memperoleh persetujuan dari pembimbing pada tahun 2025.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama berisi identifikasi semua variabel yang di teliti langsung.

Variabel dalam penelitian ini adalah identifikasi pemanis siklamat pada es krim.

2. Klasifikasi Variabel Utama

Variabel bebas penelitian ini adalah konsentrasi pembanding dan sampel yang di analisis. Kemudian variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil uji identifikasi pemanis siklamat dalam es krim.

C. Bahan dan Alat

1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi beaker gelas pyrex, gelas ukur pyrex, corong pisah pyrex, pipet tetes, batang pengaduk, tabung reaksi pyrex, batang statif dan klem, pipet volumetric pyrex, labu ukur pyrex, bola hisap, timbangan analitik, spektrofotometer *Uv-Vis* Shimadzu.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah baku siklamat, sampel es krim, HCl 10%, BaCl₂ 10%, NaNO₂ 10%, air, baku siklamat, akuades, asam

klorida 10%, asam sulfat pekat, asam sulfat 30%, etil asetat, natrium hidroksida 10 N, natrium hidroksida 0,5 N, sikloheksana, natrium hipoklorit .

D. Jalannya Penelitian

1. Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan pada beberapa merek es krim yang berbeda yang beredar di Kota Surakarta. Selanjutnya sampel di uji kandungan pemanis buatan siklamat di Laboratorium menggunakan metode Spektrofotometri *UV-Vis*.

2. Analisis Kualitatif Natrium Siklamat

Memipet 25 mL sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan diencerkan dengan aquades (1:1), kemudian sampel disaring ditambah 10 mL HCl 10% dan 10 mL BaCl 10% ke dalam filtrat kemudian dikocok dan dibiarkan selama 30 menit kemudian ditambahkan 10 mL NaNO₂ 10%, dimasukkan ke dalam labu reaksi dan dipanaskan di atas penangas air, apabila terdapat endapan putih maka kandungan siklamat pada sampel yang diteliti positif (Marliza et al,2019).

3. Analisis Kuantitatif Kadar Siklamat Metode Spektrofotometri UV-VIS

3.1 Larutan uji. Memipet 50 mL sampel, dimasukkan ke dalam corong pisan pertama, ditambahkan 2,5 mL asam sulfat pekat kemudian setelah dingin ditambah 50 mL etil asetat, dikocok selama 2 menit, dipisahkan lapisan etil asetat dan diambil 40 mL bagian yang jernih, kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah kedua, dikocok 3 kali dengan 15 mL aquades, dikumpulkan lapisan air, dimasukkan ke dalam corong pisah ketiga, ditambahkan 1 mL NaOH 10N, 5 mL sikloheksana dan dikocok selama 1 menit, dipisahkan lapisan air dan dimasukkan ke dalam corong pisah keempat ditambahkan 2,5 mL asam sulfat 30%, 5 mL sikloheksana, 5 mL larutan hipoklorit dan dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksana akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan kembali larutan hipoklorit kurang lebih 5 mL. Lapisan air dibuang lapisan sikloheksana ditambah 25 mL air, dikocok lalu dipisahkan dan diambil lapisan bawah, dimasukkan dalam labu ukur 25 mL (A) (Hernaningsih et al, 2021).

3.2 Larutan Baku Induk. Menimbang 50 mg natrium siklamat, kemudian dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 mL dan ditambah aquades hingga tanda batas. Konsentrasi larutan baku induk 1000 ppm (Hernaningsih et al, 2021).

3.3 Kurva kalibrasi Larutan Baku. Memipet dari larutan standar siklamat 1000 ppm dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dengan variasi volume yaitu 3, 3,5, 4, 4,5 dan 5 mL sehingga didapatkan konsentrasi siklamat yaitu 60, 70, 80, 90 dan 100 ppm dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Dan diperlakukan sama seperti larutan uji, mulai dari baku tersebut dimasukkan ke dalam corong kemudian, ditambahkan 1 mL natrium hidroksida 10 N, 5 mL sikloheksan dan dikocok selama 1 menit. Dipisahkan lapisan air dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke-II, ditambahkan 2,5 mL asam sulfat 30%, 5 mL sikloheksan, 5 mL larutan hipoklorit dan dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksan akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi natrium hipoklorit lebih kurang dari 5 mL. Lapisan air dibuang, lapisan sikloheksan ditambahkan 25 mL air dikocok, dipisahkan dan diambil bagian bawah, dimasukkan dalam labu 25 mL (B) (Hernaningsih et al, 2021).

3.4 Larutan Blangko. Dipipet 50 mL air, dimasukkan ke dalam corong pisah pertama, ditambahkan 2,5 mL asam sulfat pekat, setelah dingin, ditambahkan 50 mL etil asetat, dikocok selama 2 menit. Dipisahkan lapisan etil esetat dan ambil 40 mL, bagian yang jernih, kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah ke-II. Dikocok 3 kali dengan 15 mL air, dikumpulkan lapisan air, dimasukkan ke dalam corong pisah ke-III, ditambahkan 1 mL natrium hidroksida 10 N, 5 mL sikloheksan dan dikocok selama 1 menit. Dipisahkan lapisan air dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke-IV, ditambahkan 2,5 mL asam sulfat 30 %, 5 mL sikloheksan, 5 mL larutan hipoklorit dan dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksan akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan hipoklorit lebih kurang 5 mL. Lapisan air dibuang, lapisan sikloheksan ditambahkan 25 mL air, dikocok, dipisahkan dan diambil lapisan bawah, dimasukkan ke dalam labu 25 mL (C) (Hernaningsih et al, 2021).

3.5 Penetapan Panjang Gelombang (λ Maks) Larutan Baku siklamat.

Memipet 4 mL larutan baku siklamat 1000 ppm kemudian diencerkan dengan aquades pada labu takar 50 mL sehingga didapatkan konsentrasi 80 ppm. Larutan tersebut dibaca absorbansinya pada panjang gelombang ultra violet diantara 200-400 nm.

3.6 Penetapan Kadar Siklamat Dengan Spektrofotometri. Cara penetapan kadar Siklamat yaitu masing-masing larutan diukur secara spektrofotometri UV pada panjang gelombang antara 200-400 nm. Sedangkan untuk menghitung kadar Siklamat dalam sampel dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan persamaan regresi: $y = ax + b$.

3.7 Perhitungan Kadar Natrium Siklamat. Rumus perhitungan kadar Siklamat yaitu $k = \frac{x.v.f_p}{B_s}$

Keterangan:

K = Kadar Siklamat dalam sampel ($\mu\text{g/mL}$)

X = Konsentrasi Siklamat

V = Volume Sampel (mL)

F_p = Faktor Pengenceran

B_s = Berat Sampel

3.8 Uji Linieritas. Uji linieritas ditentukan melalui persamaan regresi linier $Y = ax + b$ dan nilai r dari pengukuran absorbansi kurva standar. korelasi dinyatakan sangat kuat jika nilai r yang diperoleh diatas 0,9 tetapi kurang dari 1,0 sesuai dengan kriteria (Hidayat, 2019).

3.9 Uji Presisi. Kadar yang didapat dari sampel dengan pengujian sebanyak 7 kali dihitung koefisien variasi (CV), nilai CV diperoleh dengan menghitung standar deviasi (SD) dan relative standar deviasi (RSD) (Hidayat, 2019).

3.10 Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitatif (LOQ). Batas deteksi adalah konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi. Batas deteksi dapat diperoleh dari kalibrasi standar yang diukur sebanyak 6 sampai 10 kali. Batas deteksi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Batas deteksi} = \frac{3,3 \times \text{SD}}{\text{Slope}}$$

Batas Kuantitatif adalah kuantitatif terkecil analit dalam sampel yang masih dapat diukur dalam kondisi percobaan yang sama dan masih memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas kuantitatif dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Batas kuantitatif} = \frac{10 \times SD}{\text{Slope}}$$

3.11 Uji Akurasi. Pengujian akurasi dilakukan dengan teknik penambahan standar ke dalam sampel pada tiga tingkat konsentrasi, yaitu 80%, 100%, dan 120% dari kadar yang diharapkan. Setelah penambahan, sampel diproses sesuai metode, kemudian diencerkan hingga volume tertentu. Pengukuran dilakukan menggunakan spektrofotometer *Uv-Vis* pada panjang gelombang maksimum 315 nm. Nilai konsentrasi yang diperoleh dihitung berdasarkan kurva kalibrasi, lalu dibandingkan dengan konsentrasi yang ditambahkan untuk menentukan persentase perolehan kembali (% *recovery*).

3.12 Uji Selektivitas. Uji selektivitas dianalisis dengan membandingkan spektrum serapan larutan standar siklamat, sampel, dan campuran standar dengan sampel. Pengukuran dilakukan menggunakan spektrofotometer *Uv-Vis* untuk menentukan apakah terdapat pergeseran panjang gelombang maksimum (λ maks). Suatu metode dinyatakan selektif apabila bentuk spektrum tidak berubah dan selisih panjang gelombang maksimum antara larutan standar dan campuran tidak lebih dari 2–5 nm, sesuai dengan kriteria yang dijelaskan oleh Skoog (2014) dan Rahayu et al. (2021).