

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan yaitu secara deskriptif yang bertujuan untuk mengidentifikasi bahan tambahan pangan berupa pengawet yang terdapat pada produk cincau hitam tanpa kemasan. Penelitian dilakukan melalui 3 tahapan, yaitu tahap persiapan, tahap pelaksanaan, dan tahap akhir. Pada tahap persiapan dilakukan pengambilan sampel produk cincau hitam tanpa kemasan yang diperjualbelikan di Pasar Singosari dan Pasar Lawang.

Tahap kedua yaitu tahap pelaksanaan meliputi proses preparasi sampel yang akan digunakan pada proses pengujian. Proses pengujian boraks menggunakan uji kertas turmeric sebagai uji dugaan awal kandungan boraks pada cincau hitam tanpa kemasan. Selain itu, juga dilakukan pengujian boraks menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) yang digunakan sebagai validasi untuk mengetahui dan memastikan adanya boraks pada sampel. Setelah dilakukan uji kualitatif, dilakukan pengujian kuantitatif yang dilakukan dengan metode titrasi asidimetri, yang bertujuan untuk mengetahui kadar boraks yang terdapat pada sampel cincau hitam tanpa kemasan.

Tahap akhir yaitu analisis data yang diperoleh berdasarkan hasil penelitian, pembahasan serta kesimpulan dari identifikasi pengawet pada produk cincau hitam.

3.2 Populasi dan Sampel

3.2.1 Populasi

Pada penelitian ini, populasi terletak pada cincau hitam tanpa kemasan yang diperjualbelikan di Pasar Singosari dan Pasar Lawang.

3.2.2 Sampel

Sampel yang diambil adalah cincau hitam yang diperjualbelikan tanpa kemasan di Pasar Singosari dan Pasar Lawang. Kedua pasar ini terletak di wilayah Kabupaten Malang. Pengambilan sampel dilakukan menggunakan cara simple random sampling yaitu teknik sampel dari populasi yang dilakukan secara acak tanpa memperhatikan strata yang ada dalam populasi itu (Sugiono, 2016).

a. Jumlah Populasi

Tabel 3.1. Data Populasi dan Sampel

Tempat Pengambilan Sampel	Jumlah Populasi Pedagang	Jumlah Populasi Produsen	Kode Sampel yang Digunakan
Pasar Singosari	7	3	I
			II
			III
Pasar Lawang	5	3	IV
			V
			VI

b. Populasi

Pengambilan sampel dilakukan pada Pasar Singosari dan Pasar Lawang. Pada setiap pasar terdapat beberapa pedagang yang memperjualbelikan cincau hitam tanpa kemasan,

namun dapat diketahui cincau hitam tanpa kemasan berasal pada tiga produsen berbeda pada setiap pasarnya.

c. Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dapat dilakukan menggunakan langkah awal yaitu pengelompokan berdasarkan pengamatan visual dengan memperhatikan tekstur dan warna. Perbedaan cincau hitam dapat dilihat dari warnanya yang berbeda yaitu cincau hitam dengan warna hitam berkilau dan cincau hitam dengan warna hitam pekat, kemudian dapat juga dilihat dari teksturnya yang menyerupai jelly sehingga mudah hancur dan tekstur yang sangat kenyal dan lebih padat. Namun dalam proses survei, didapatkan hasil bahwa setiap pedagang cincau hitam tanpa kemasan di setiap pasar diketahui memiliki tiga produk cincau hitam yang berasal dari produsen berbeda, sehingga dalam penelitian ini menggunakan sampel cincau hitam tanpa kemasan yang diproduksi oleh produsen yang berbeda.

3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian

3.3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Mikrobiologi Akademi Analis Farmasi dan Makanan Putra Indonesia Malang.

3.3.2 Waktu Penelitian

Waktu penelitian pada bulan Februari-Maret 2022.

3.4 Definisi Operasional Variabel

3.4.1 Variabel Penelitian

Variabel pada penelitian ini adalah cincau hitam yang dijual tanpa kemasan.

3.4.2 Definisi Operasional

Definisi Operasioanl variabel pada penelitian ini diklasifikasikan sebagai berikut :

Tabel 3.2 Definisi Operasional Variabel

Variabel	Definisi Operasional Variabel	Indikator Variabel	Alat Ukur	Skala Ukur
Cincau Hitam Tanpa Kemasan	Gel seperti agar-agar berwarna hitam kecoklatan yang dipasarkan tanpa kemasan dan digunakan sebagai sampel untuk identifikasi kandungan pengawet.	Cincau hitam	Visual	Ordinal
Produsen	Populasi yang memproduksi cincau hitam mulai dari pembuatan cincau hitam, penambahan bahan-bahan tambahan pangan untuk memperbaiki kualitas produk cincau hitam, hingga proses pengemasannya.	Cincau hitam yang mengandung pengawet	Visual	Ordinal
Pedagang	Populasi yang berperan sebagai perantara antara produsen dan konsumen yang menjual cincau hitam dari beberapa produsen, salah satu produk cincau hitam yaitu cincau hitam tanpa kemasan	Cincau hitam tanpa kemasan	Visual	Ordinal

Identifikasi Boraks	Pengamatan organoleptis, uji kertas turmeric, uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT), uji kuantitatif menggunakan metode titrasi asidimetri.	Uji kertas turmeric jika berwarna merah kecoklatatan. Uji KLT positif jika nilai Rf sampel sama atau lebih dari nilai Rf baku standar	Visual	Ordinal
Pengamatan Organoleptis	Pengamatan organoleptis dilakukan dengan mengamati tekstur dan warna pada cincau hitam tanpa kemasan.	Tekstur dan warna	Visual	Ordinal
Uji Kertas Turmeric	Uji kertas turmeric dilakukan dengan kertas saring yang direndam menggunakan larutan kurkumin, lalu dikeringkan. Kemudian, pada kertas turmeric ditambahkan larutan sampel.	Uji kertas turmeric positif apabila terjadi perubahan warna kuning menjadi merah kecoklatan.	Visual	Ordinal
Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dilakukan dengan menggunakan boraks sebagai baku standar, kemudian larutan sampel yang telah dipreparasi ditotolkan pada plat KLT.	Uji KLT positif apabila nilai Rf sampel sama dengan nilai Rf standar.	Visual	Ordinal
Uji Titrasi Asidimetri	Uji kuantitatif dengan metode titrasi asidimetri dilakukan dengan menggunakan HCl sebagai baku sekunder dan metil merah sebagai indikator.	Uji titrasi asidimetri didapatkan hasil setelah mencapai titik akhir titrasi yang ditandai dengan	Buret	Ordinal

		perubahan warna kuning menjadi merah muda		
--	--	-------------------------------------------	--	--

3.5 Alat dan Bahan

3.5.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik, blender, mortar & alu, loyang, sentrifugasi, chamber, plat KLT, buret, erlenmeyer, stratif, kertas saring, beaker glass, pinset, sendok tanduk, gelas piala, pipet tetes, pipa kapiler, plat tetes, labu ukur 100 ml dan 250 ml.

3.5.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel cincau hitam tanpa kemasan, kunyit, boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), alkohol, NaOH, H_2SO_4 , CH_3COOH , metil merah

3.6 Analisa Kualitatif Boraks

3.6.1 Uji dengan Kertas Turmeric

3.6.1.1 Preparasi Sampel

- Sampel sebanyak 1 gram ditimbang lalu ditambahkan dengan aquades 1:10
- Campuran di blender sampai halus dan disaring menggunakan kertas saring
- Cairan yang didapatkan ditempatkan dalam gelas piala

3.6.1.2 Pembuatan Kertas Turmeric

- Kunyit dikupas lalu dicuci dan diparut
- Air kunyit yang didapatkan lalu ditampung dan diukur menggunakan gelas ukur
- Ditambahkan sebanyak 10% alkohol 70% dari total volume air kunyit yang didapatkan
- Ambil kertas saring, gunting kertas saring 8 cm X 8 cm dan dicelupkan ke dalam air kunyit kemudian menggunakan pinset sampai merata pada seluruh permukaan kertas saring
- Kertas saring lalu di letakkan pada loyang dan diangin-anginkan agar kering (Hartati, 2017).

3.6.1.3 Kontrol Positif

- Dimasukkan satu sendok teh boraks ke dalam beaker glass yang berisi air dan aduk larutan boraks
- Diteteskan pada kertas turmeric yang sudah disiapkan.
- Diamati perubahan warna pada kertas turmeric, warna yang dihasilkan tersebut akan digunakan sebagai kontrol positif (Nurhasanah, 2017).

3.6.1.4 Analisa Boraks dengan Kertas Turmeric

- Kertas turmeric dicelupkan selama 1-2 menit ke dalam larutan sampel
- Bila kertas turmeric berubah warna menjadi merah kecoklatan maka sampel positif mengandung boraks (Hartati, 2017).

3.6.2 Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

3.6.2.1 Preparasi Sampel

- Sebanyak 2 gram sampel dihancurkan dan ditambahkan dengan 4 ml aquades (1:2)
- Larutan dimasukkan ke dalam tabung sentrifugasi.
- Larutan disentrifugasi selama 2 menit dengan kecepatan 3000 rpm dan supernatan diambil sebanyak 2 ml
- Supernatan diambil sebanyak 2 ml dan ditambahkan 1 ml larutan NaOH, 3 ml larutan asam sulfat pekat – asam asetat (1 : 1), dan 2 ml larutan kurkumin
- Campuran dipanaskan di waterbath pada suhu 50° selama \pm 1 jam dan ditutup menggunakan alumunium foil

3.6.2.2 Pembuatan Larutan Standar

- Ditimbang 0,5 gram $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dalam 10 ml aquadest
- Diambil 2 mL larutan boraks
- Ditambahkan 2 mL larutan kurkumin
- Dipanaskan dengan waterbath \pm 1 jam pada suhu 50° dan ditutup menggunakan alumunium foil

3.6.2.3 Analisa Boraks dengan metode KLT

- Sampel ditotolkan pada plat KLT silica gel F₂₅₄ dengan fase gerak etanol p.a – kloroform p.a (1 : 9)
- Hasil dibandingkan dengan standard boraks, dan ditentukan nilai Rf nya

3.7 Analisa Kuantitatif dengan Metode Asidimetri

3.7.1 Preparasi Sampel

- Ditimbang 10 gram sampel dan dihaluskan dengan mortir
- Ditambahkan air bebas CO₂ sebanyak 50 ml. Air bebas CO₂ dibuat dengan cara mendidihkan aquades yang kemudian disimpan dalam wadah yang tertutup atau dibuat baru untuk digunakan
- Disaring menggunakan kertas saring dan filtratnya di analisis

3.7.2 Pembuatan Baku Primer Na₂B₄O₇·10H₂O dalam 100 ml

- Ditimbang 1,91 gram, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan aquades ad sampai tanda batas

3.7.3 Pembuatan Baku Sekunder HCl 0,1 N dalam 500 ml

- Dipipet 4,14 ml HCl, dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL
- Ditambahkan aquades ad sampai tanda batas

3.7.4 Pembakuan Baku Sekunder

- Dipipet 10 ml larutan boraks masukkan ke dalam erlenmeyer
- Tambahkan indikator 2-3 tetes indikator metil merah hingga warna larutan yang bening berubah menjadi berwarna kekuningan
- Dititrasikan dengan larutan baku sekunder HCl 0,1 N hingga mencapai titik akhir titrasi yang ditandai dengan perubahan warna dari kuning menjadi merah muda

3.7.5 Penetapan Kadar Sampel

- Dipipet 10 ml sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer

- Ditambahkan 2-3 tetes indikator metil merah hingga larutan yang berwarna bening berubah menjadi berwarna kekuningan
- Dititrasikan hingga mencapai titik akhir titrasi yang ditandai dengan perubahan warna dari kuning menjadi merah muda

3.8 Teknik Analisis Data

Teknik analisis data pada penelitian ini dilakukan setelah data terkumpul, kemudian dilakukan identifikasi pengawet pada cinau hitam. Hasil dari identifikasi tersebut kemudian dikelompokkan berdasarkan sampel yang positif penggunaan boraks dan sampel yang negatif boraks.