

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Penelitian ini menggunakan metode deskriptif kuantitatif untuk menganalisis kandungan logam berat timbal (Pb) pada kopi bubuk tidak bermerek yang beredar di Pasar Tradisional Gadang, Kota Malang, Provinsi Jawa Timur. Pendekatan kuantitatif digunakan karena data penelitian diperoleh dalam bentuk angka berupa kadar timbal (Pb) hasil pengukuran menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Data tersebut selanjutnya disajikan secara deskriptif untuk menggambarkan kondisi sampel tanpa dilakukan analisis statistik inferensial.

#### **3.2 Waktu dan Tempat Penelitian**

Pelaksanaan penelitian dilakukan pada bulan April 2026. Proses persiapan sampel dilaksanakan di Laboratorium Farmakognosi dan Fitokimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang, sementara itu analisis untuk mengukur kadar logam berat timbal (Pb) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dilakukan di Laboratorium Halal Terintegrasi Universitas Islam Negeri Malang.

#### **3.3 Populasi dan Sampel Penelitian**

Objek populasi penelitian ini adalah kopi bubuk tidak bermerek yang beredar di Pasar Tradisional Gadang, Kota Malang, Provinsi Jawa Timur. Sampel penelitian diperoleh dari seluruh pedagang yang menjual kopi bubuk tidak bermerek dan memenuhi kriteria inklusi. Teknik pengambilan sampel yang digunakan adalah Total Sampling, yaitu seluruh anggota populasi yang memenuhi kriteria inklusi dijadikan sebagai sampel penelitian. Peneliti melakukan survei awal pada beberapa pedagang yang menjual kopi bubuk dengan mendatangi setiap toko untuk menanyakan ketersediaan kopi bubuk tanpa merek serta memastikan asal produsennya. Berdasarkan hasil survei, diperoleh lima jenis kopi bubuk tanpa merek yang berasal dari produsen berbeda. Sampel yang dipilih memiliki kriteria tidak terdapat izin edar dari BPOM dan tidak terdaftar dengan nomor P-IRT, sehingga termasuk dalam kategori kopi bubuk olahan rumahan atau produksi skala

kecil. Setiap sampel kemudian dibeli langsung dari penjual untuk dilakukan analisis di laboratorium.

### 3.4 Alat dan Bahan

#### 3.4.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah, tanur (NABERTHERM), timbangan analitik ohaus (PIONEER ®), pipet ukur (PYREX 10 mL), pipet ukur (PYREX 2 mL), pipet ukur (PYREX 1 mL), beaker glass (IWAKI® 100 mL), labu takar (PYREX® 500 mL), labu takar (PYREX® 100 mL), labu takar (PYREX® 50 mL), cawan porselen (diameter 100 mL), batang pengaduk, spatula, corong gelas (PYREX® diameter 50 mm), hot plate (*THERMO SCIENTIFIC* ®), desikator (DURAN), kertas saring bebas abu (*PARTICLE RETENTION LIQUID 20µm*), botol gelap kaca, dan *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS).

#### 3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah standar Pb 1000 ppm (MERCK®) asam nitrat pekat (HNO<sub>3</sub>) 65 %, asam klorida pekat (HCl) 37%, air suling (WATERONE®), aquabidest (WATER FOR INJECTION®) dan sampel kopi bubuk tidak bermerek di Pasar Tradisional Gadang (Kota Malang, Provinsi Jawa Timur).

### 3.5 Variabel Penelitian

#### 3.5.1 Variabel Bebas (*Independent Variable*)

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah kopi bubuk tidak bermerek (*Coffea sp.*) yang beredar di Pasar Tradisional Gadang (Kota Malang, Provinsi Jawa Timur)

#### 3.5.2 Variabel Terikat (*Dependent Variable*)

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel kopi bubuk tidak bermerek yang beredar di Pasar Tradisional Gadang (Kota Malang, Provinsi Jawa Timur).

### 3.6 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3.1 Definisi Operasional

No	Variabel	Definisi	Metode	Hasil Ukur	Skala Ukur
1.	Variabel bebas: kopi bubuk tidak bermerek ( <i>Coffea sp.</i> ) yang beredar di Pasar	Sampel kopi bubuk tidak bermerek ( <i>Coffea sp.</i> ) yang dijual di Pasar Tradisional Gadang (Kota Malang,	Observasi	Sampel kopi bubuk	-

No	Variabel	Definisi	Metode	Hasil Ukur	Skala Ukur
	Tradisional Gadang (Kota Malang, Provinsi Jawa Timur)	Provinsi Jawa Timur			
2.	Variabel terikat: kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel kopi bubuk tidak bermerek yang beredar di Pasar Tradisional Gadang (Kota Malang, Provinsi Jawa Timur).	Kadar logam berat timbal (Pb) dalam kopi bubuk tidak bermerek ( <i>Coffea sp.</i> ) di Pasar Tradisional Gadang (Kota Malang, Provinsi Jawa Timur)	Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	Nilai kadar	Rasio

### 3.7 Prosedur Penelitian

Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dalam kopi bubuk tidak bermerek dilakukan dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 8964:2021.

#### 3.7.1 Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan di Pasar Gadang menggunakan teknik total sampling. Peneliti melakukan survei awal pada beberapa pedagang yang menjual kopi bubuk dengan mendatangi setiap toko untuk menanyakan ketersediaan kopi bubuk tanpa merek serta memastikan asal produsennya. Berdasarkan hasil survei, diperoleh lima jenis kopi bubuk tanpa merek yang berasal dari produsen berbeda. Sampel yang dipilih memiliki kriteria tidak terdapat izin edar dari BPOM dan tidak terdaftar dengan nomor P-IRT, sehingga termasuk dalam kategori kopi bubuk olahan rumahan atau produksi skala kecil. Setiap sampel kemudian dibeli langsung dari penjual untuk dilakukan analisis di laboratorium.

#### 3.7.2 Pembuatan Asam Klorida 6 N

Larutan ini dibuat dengan memindahkan 50 mL HCl pekat ke dalam labu takar 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.

### **3.7.3 Pembuatan Asam Nitrat 0,1 N**

Larutan ini dibuat dengan memindahkan 3,2 mL HNO<sub>3</sub> pekat ke dalam labu takar 500 mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.

### **3.7.4 Pembuatan Larutan Standar Sekunder Pb 50 ppm**

Larutan ini dibuat dengan memindahkan 5 mL standar timbal (Pb) primer 1000 ppm ke dalam labu takar 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.

### **3.7.5 Pembuatan Larutan Standar Kerja Pb**

Larutan standar timbal (Pb) dengan konsentrasi 0 ppm; 0,1 ppm; 0,25 ppm; 0,5 ppm; 1,0 ppm; 1,5 ppm; dan 2,0 ppm disiapkan melalui proses pengenceran larutan standar sekunder timbal (Pb) 50 ppm. Larutan standar sekunder dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dengan volume berturut-turut 0 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; dan 4,0 mL. Masing-masing larutan kemudian ditambahkan 5 mL asam klorida 6 N, lalu diencerkan menggunakan air suling hingga mencapai tanda batas.

### **3.7.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi Timbal (Pb)**

Kurva kalibrasi timbal (Pb) diperoleh melalui pengukuran larutan standar kerja dengan variasi konsentrasi 0 ppm; 0,1 ppm; 0,25 ppm; 0,5 ppm; 1,0 ppm; 1,5 ppm; dan 2,0 ppm menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 283 nm. Nilai absorbansi yang diperoleh kemudian diolah menggunakan Microsoft Excel untuk membentuk kurva yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi larutan dan nilai absorbansi.

### **3.7.7 Preparasi Sampel**

Preparasi sampel dilakukan dengan menimbang sampel kopi bubuk secara teliti sebanyak 15 gram, kemudian dipanaskan bertahap menggunakan hotplate selama 1 jam 30 menit sampai asap tidak lagi terbentuk asap. Selanjutnya, abu dibakar di dalam tanur pada suhu  $(450 \pm 5)$  °C selama 14 jam menghasilkan abu putih yang bebas dari sisa karbon. Apabila hasil pengabuan masih menunjukkan berwarna keabu-abuan (menandakan belum bebas karbon), abu dibasahi terlebih dahulu menggunakan beberapa tetes air, kemudian ditambahkan asam nitrat pekat secara perlahan. Sampel selanjutnya dipanaskan kembali di atas hotplate dan

diabukan kembali menggunakan tanur hingga diperoleh abu berwarna putih. Jika warna abu masih tampak keabu-abuan, penambahan asam nitrat serta proses pengabuan diulangi kembali. Abu hasil destruksi kemudian dilarutkan menggunakan asam klorida 6 N sebanyak 5 mL sambil dipanaskan hingga kering, selanjutnya ditambahkan asam nitrat 0,1 N sebanyak 5 mL dan dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL. Setelah itu, tambahkan air suling suling, dan larutan disaring melalui kertas saring ke dalam botol gelap kaca.

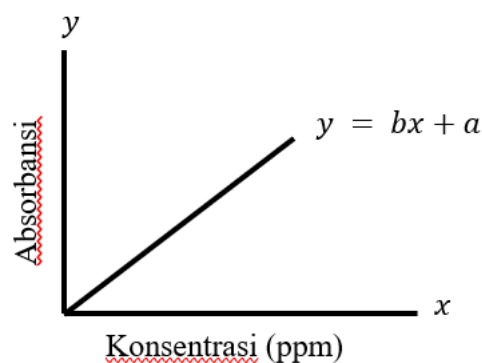
### 3.7.8 Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Sampel Kopi Bubuk (*Coffea sp.*)

Untuk mengetahui kadar timbal (Pb) dalam kopi bubuk, dilakukan pembacaan absorbansi melalui instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 283 nm. Konsentrasi logam berat dihitung dan dinyatakan dalam satuan mg/kg.

## 3.8 Pengolahan Data dan Penyajian Data

### 3.8.1 Pengolahan Data

Data hasil pengukuran yang mencakup nilai konsentrasi dan absorbansi larutan standar diolah lebih lanjut menggunakan kurva kalibrasi. Dalam penyusunannya, konsentrasi diletakkan pada sumbu X, sementara nilai absorbansi menempati sumbu Y. Sesuai dengan Hukum Lambert-Beer, kurva ini menjadi landasan untuk merumuskan persamaan regresi linier.



Gambar 3.1 Penyajian Kurva

Keterangan:

a = Slope

b = Intersep

C = Konsentrasi

Y = Absorbansi

Untuk memperoleh konsentrasi larutan sampel, perlu menambahkan nilai absorbansi ke dalam persamaan regresi linier. Konsentrasi larutan sampel yang diperoleh dalam satuan mg/L selanjutnya digunakan untuk menghitung kadar timbal (Pb) berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 8964:2021 yaitu:

$$\text{Kadar logam berat timbal (Pb) mg/kg} = \frac{C \times V}{m}$$

Keterangan:

C = Konsentrasi sampel dalam ppm (mg/L)

V = Volume akhir larutan (ml) dikonversi ke dalam satuan liter (L)

m = Bobot awal contoh (kg)

### 3.8.2 Penyajian Data

Data hasil penelitian disajikan dalam bentuk tabel dan kurva sebagai berikut:

Tabel 3. 2 Tabel Penyajian Data Absorbansi Larutan Standar Timbal (Pb)

No	Larutan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	Standart 1	0	
2.	Standart 2	0,1	
3.	Standart 3	0,25	
4.	Standart 4	0,5	
5.	Standart 5	1,0	
6.	Standart 6	1,5	
7.	Standart 7	2,0	



Gambar 3. 2 Penyajian Kurva Standar Pb

Tabel 3. 3 Tabel Penyajian Data Kadar Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kopi Bubuk Tidak Bermerek

Kode Sampel Kopi Bubuk	Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Kopi Bubuk Tidak Bermerek				Kesimpulan (MS/TMS)
	Replikasi 1	Replikasi 2	Replikasi 3	Rata-rata	
A					
B					
C					
D					
E					
Kontrol Positif					

MS= Memenuhi Syarat, TMS= Tidak Memenuhi Syarat

### 3.8.3 Analisis Data

Analisis data konsentrasi timbal (Pb) dalam sampel kopi bubuk tidak bermerek dilakukan sesuai dengan Standar Nasional Indonesia (SNI) 8964:2021. Sampel kopi bubuk yang mengandung kadar timbal (Pb) lebih dari batas maksimum 2,0 mg/kg disimpulkan memenuhi syarat atau tidak memenuhi syarat. Selanjutnya, data diolah menggunakan metode deskriptif untuk menggambarkan perbedaan kadar timbal (Pb) sampel yang diperoleh dari lima penjual yang berbeda.