

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan pendekatan deskriptif dengan dua metode analisis, yaitu metode kualitatif melalui uji reaksi pengendapan dan metode kuantitatif untuk mengukur kadar sampel dengan teknik gravimetri.

3.2. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2025 di Laboratorium Analisis Makanan dan Minuman, Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Peralatan yang digunakan mencakup gelas beker 250 mL, corong kaca, erlenmeyer 250 mL, kertas saring Whatman No. 42, gelas ukur 100 mL, labu ukur 250 mL, pipet tetes, pipet volumetrik, pipet ukur 10 mL, batang pengaduk, spatula, neraca analitik, oven, hot plate, serta kaca arloji.

3.3.2. Bahan

Sampel meliputi susu bubuk tanpa merek yang dijual di Pasar Tanjung, Kota Mojokerto; aquadest; larutan HCl 37%; asam asetat; padatan BaCl₂; padatan NaNO₂; kalium heksasianoferat(II) (K₄[Fe(CN)₆]); zinc asetat [Zn(CH₃COO)₂]; serta kertas saring.

3.4. Variabel Penelitian

3.4.1. Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah susu bubuk skim tanpa merek yang dijual di pasar Kota Mojokerto.

3.4.2. Variable Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar pemanis buatan siklamat pada susu bubuk skim tanpa merk.

3.5. Definisi Operasional

Tabel 3.5. Definisi Operasional

Variabel	Definisi Operasional	Metode	Hasil Ukur	Skala
Susu bubuk skim tanpa merk	Susu bubuk skim tanpa merk yang dijual di Pasar Kota Mojokerto	Uji Organoleptik	Warna,bau, dan rasa	Nominal
Pemanis buatan Natrium Siklamat pada susu bubuk skim tanpa merk	Menentukan kadar pemanis buatan pada susu bubuk skim tanpa merk	Uji Pengendapan & Gravimetri	Memenuhi syarat apabila batas penggunaan tidak boleh > 250 mg/kg BB	Rasio

3.6. Prosedur Analisis

3.6.1. Uji Kualitatif (dengan menggunakan pengendapan)

Ditimbang 10 g sampel susu bubuk, dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer, kemudian ditambahkan air suling (aquadest) hingga volumenya mencapai 100 mL. Selanjutnya, ditambahkan masing-masing 10 mL larutan HCl 10% dan BaCl₂ 10%, lalu aduk hingga homogen. Didiamkan larutan selama sekitar 30 menit, kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42. Pada filtrat yang diperoleh, ditambahkan 10 mL larutan NaNO₂ 10%, lalu dipanaskan di atas penangas air (water bath). Sehingga terbentuk endapan putih BaSO₄ yang menunjukkan hasil reaksi positif, yang mengindikasikan adanya siklamat (Rosita, 2023).

3.6.2. Uji Kuantitatif (dengan menggunakan metode gravimetri)

Ditimbang secara akurat 10 g sampel susu bubuk, dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer, kemudian ditambahkan air suling (aquadest) hingga volumenya mencapai 100 mL. Ditambahkan masing-masing 10 mL larutan HCl 10% dan BaCl₂ 10%, diaduk hingga homogen, lalu didiamkan selama 30 menit. Larutan disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42. Pada filtrat yang diperoleh, tambahkan 10 mL larutan NaNO₂ 10%, Dalam analisis kimia makanan, keberadaan senyawa pengganggu seperti protein, lemak, dan zat koloid dapat mempengaruhi tingkat presisi dan akurasi hasil analisis. Zat-zat tersebut dapat menimbulkan

kekeruhan larutan yang menghalangi proses pengukuran komponen yang dianalisis. Maka dari itu, diperlukan tahap klarifikasi sampel sebelum melakukan analisis selanjutnya. Salah satu metode klarifikasi yang sering diterapkan adalah penambahan reagen Carrez. Pereaksi carrez terbagi menjadi dua tipe, yakni carrez I dan carrez II, yang ditambahkan secara bertahap ke dalam sampel. Carrez I merupakan larutan kalium heksasianoferat(II) ($K_4[Fe(CN)_6]$), sedangkan carrez II adalah larutan asetat seng ($Zn(CH_3COO)_2$). Gabungan kedua reaktan ini berperan untuk mengendapkan protein serta zat koloid yang ada pada sampel (Nugraha et al,2025).

Larutan sampel yang telah ditambahkan pereaksi carrez I dan II, kemudian ,selanjutnya dipanaskan di atas penangas air hingga terbentuk endapan putih. Endapan tersebut disaring, dan pada filtrat ditambahkan kembali 10 mL $BaCl_2$ 10% secara berulang hingga tidak terdapat endapan lagi. Dicuci endapan dengan air panas hingga filtrat bebas dari endapan, keringkan di dalam oven pada suhu $100^\circ C$ selama 30 menit, dinginkan, lalu ditimbang ulang hingga beratnya konstan (tidak berubah lagi) (Simorangkir, 2020).

3.7. Penyajian Data

Analisis data dilakukan secara deskriptif dengan memeriksa hasil pengujian kandungan pemanis buatan natrium siklamat pada sampel susu bubuk, baik dari segi kualitatif maupun kuantitatif, yang dilakukan di laboratorium. Hasil itu disajikan dalam tabel, dijelaskan pada bagian pembahasan, dan dirangkum dalam kesimpulan.

Table 3.7. Tabel Penyajian Data Kualitatif (Uji Pengendapan)

Sampel	S1	S2	S3
Susu Bubuk Tanpa Merk			

Table 3.7.1 Tabel Penyajian Data Kuantitatif (Uji Gravimetri)

Sampel	S1	S2	S3
Susu Bubuk Tanpa Merk			

3.8. Analisis data

Analisis data kualitatif dilakukan melalui pengamatan hasil proses endapan natrium siklamat, yang ditandai dengan timbulnya endapan berwarna putih. Di sisi lain, analisis kuantitatif dilakukan dengan mengukur kadar menggunakan metode gravimetri, berdasarkan formula perhitungan sebagai berikut:

$$\% \text{Kadar Siklamat} = \frac{(b-a)}{\text{massa sampel}} \times 100 \%$$

Ket:

a = massa kertas saring

b = massa kertas saring + endapan setelah di oven

Data yang diperoleh dari metode uji organoleptik, uji endapan dan gravimetri disajikan dalam bentuk tabel dan grafik