BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penetlitian

Penelitian tentang Identifikasi kandungan klorin dalam beras merupakan suatu penelitian yang bersifat deskriptif. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi keberadaan klorin dalam beras yang dipasarkan di Pasar Desa Pringu Kabupaten Malang melalui pengujian metode kualitatif yang melibatkan tiga uji.

3.2 Waktu dan Tempat penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari hingga Februari 2025 yang bertempat di Laboratorium Analisis Makanan dan Minuman Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang.

3.3 Populasi dan Sampel

3.3.1 Populasi

Populasi adalah sekelompok individu yang memiliki ciri-ciri serupa, yang berfungsi sebagai dasar dalam pengumpulan data penelitian (Subhaktiyasa, 2024). Populasi yang digunakan sebagai pemeriksaan pada penelitian ini adalah beras putih (*Oryza sativa* L.) yang beredar di Pasar Desa Pringu, Kecamatan Bululawang, Kabupaten Malang, Provinsi Jawa Timur.

3.3.2 Sampel

Sampel yang digunakan sebagai pemeriksaan pada penelitian ini adalah Beras Putih (*Oryza sativa* L.) yang beredar di Pasar Desa Pringu Kabupaten Malang.

3.3.3 Teknik Sampling

Teknik sampling yang diterapkan adalah Total Sampling, di mana seluruh populasi dapat dijadikan sebagai unit sampel, sehingga jumlah sampel sebanding dengan populasi yang ada (Suriani & Jailani, 2023).

Digunakan 6 sampel beras putih dengan merk yang berbeda, namun dalam satu toko dan 5 sampel beras putih dengan merk yang sama dalam

toko yang berbeda. Sehingga sampel beras putih yang beredar diambil seluruhnya dan total sampel beras putih yang digunakan sebanyak 11 sampel beras putih untuk dilakukan pengujian yang beredar di Pasar Desa Pringu.

Sampel beras putih diambil secara random sampling atau acak, karena sampel beras yang digunakan adalah beras curah. Random Sampling, adalah metode pengambilan sampel di mana setiap anggota populasi memiliki kesempatan yang sama untuk dipilih sebagai sampel (Arieska & Herdiani, 2018).

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Batang Pengaduk, Beaker glass 250 mL dan 100 mL (Iwaki), Blup (D&N), Botol reagen gelap, Corong kaca, Gelas Ukur 100 mL (Iwaki), Hot Plate (taffware), Kaca Arloji, Labu ukur 100 mL (Pyrex), Neraca Analitik (Ohaus), Ose, Pemantik, Pipet tetes, Pipet Ukur 1 mL dan 10 mL (Iwaki), Rak tabung reaksi, Spatula, Spirtus, Tabung reaksi (Iwaki), Botol semprot, Grinder, Botol timbang, Spatula, Mortar dan alu, Lemari asam

3.4.2 Bahan

Alumunium Foil, Amilum 1% (b/v) , Akuades, Asam Nitrat (HNO_3) 3N, HCl 37%, Kalium Iodida (KI) 10% (b/v), Kertas Saring, Pemutih NaOCl 5,25%, Perak Nitrat ($AgNO_3$) 5% (b/v), Sampel beras putih.

3.5 Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang berperan dalam mempengaruhi atau menyebabkan terjadinya perubahan pada variabel dependen (terikat) (Ridha, 2017). Variabel bebas dalam penelitian ini adalah Beras Putih yang beredar di Pasar Desa Pringu.

3.5.2 Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang dipengaruhi atau menjadi konsekuensi dari variabel bebas (Ridha, 2017). Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kandungan klorin pada beras putih bermerk X.

3.6 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3. 1 Definisi operasional

No.	Variabel Penelitian	Definisi	Cara Ukur	Hasil Ukur	Skala Pengukuran
1.	Beras putih (*Oryza sativa* L) yang kemungkinan mengandung klorin	Identifikasi kandungan klorin dalam beras putih (*Oryza sativa* L.) yang diduga terkontaminasi akan dilakukan secara kualitatif	a) Uji kualitatif dilakukan dengan uji nyala api b) Uji kualitatif dilakukan dengan uji reaksi warna c) Uji kualitatif dilakukan dengan uji pengendapan	a) Hasil ukur uji nyala api Positif : Warna nyala api Hijau Negatif: Tidak ada warna nyala api khas b) Hasil ukur uji reaksi warna Positif: Biru Negatif: Bening c) Hasil ukur uji pengendapan Positif: Tebentuk endapan Negatif: Tidak terbentuk endapan	Nominal

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Preparasi sampel kontrol positif dan kontrol negatif

3.7.1.1 Preparasi sampel

Sampel beras putih yang beredar di Pasar Desa Pringu dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian ditimbang menggunakan botol timbang sebanyak 10 gram lalu dimasukkan ke dalam beaker glass dan ditambahkan akuades sebanyak 50 mL. Diaduk kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh filtrat.

3.7.1.2 Preparasi kontrol positif

Sampel beras putih yang dibeli dari tempat penggilingan padi, dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian ditimbang menggunakan botol timbang sebanyak 10 gram lalu dimasukkan ke dalam beaker glass dan ditambahkan akuades sebanyak 50 mL dan ditambahkan larutan pemutih dengan kandungan NaOCl. Diaduk kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh filtrat.

3.7.1.3 Preparasi kontrol negatif

Sampel beras putih yang dibeli dari tempat penggilingan padi, dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian ditimbang menggunakan botol timbang sebanyak 10 gram lalu dimasukkan ke dalam beaker glass dan ditambahkan akuades sebanyak 50 mL. Diaduk kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh filtrat.

3.7.2 Pembuatan larutan uji

3.7.2.1 Uji reaksi warna

a. Pembuatan Amilum 1% (b/v)

Amilum ditimbang menggunakan botol timbang sebanyak 1 gram dengan menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan amilum menggunakan akuades secukupnya di dalam beaker glass 100 mL, lalu dipanaskan diatas hotplate hingga larut sempurna, dipindahkan ke labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan menggunakan akuades, dihomogenkan dan dipindahkan ke botol reagen dan ditutup (Vogel, 1979).

b. Pembuatan Kalium iodida (KI) 10% (b/v)

Kalium iodide (KI) ditimbang menggunakan botol timbang sebanyak 10 gram dengan menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan kalium iodide (KI) menggunakan akuades secukupnya dalam beaker glass, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan

ditanda bataskan menggunakan akuades, dihomogenkan dan dipindahkan ke botol reagen (Vogel, 1979).

3.7.2.2 Uji pengendapaan

a. Pembuatan larutan asam nitrat (HNO_3) 3N

Asam nitrat 69,5% dengan normalitas yang diperoleh 15,6N dipipet menggunakan pipet ukur 10 mL sebanyak 19,2 ml kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan menggunakan akuades, lalu dihomogenkan dan dipindahkan ke dalam botol reagen (Vogel, 1979).

b. Pembuatan larutan perak nitrat ($AgNO_3$) 5% (b/v)

Perak nitrat ($AgNO_3$) ditimbang menggunakan botol timbang sebanyak 5 gram dengan menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan perak nitrat ($AgNO_3$) menggunakan akuades secukupnya dalam beaker glass, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan menggunakan akuades, dihomogenkan dan dipindahkan ke botol reagen gelap (Vogel, 1979).

3.7.3 Analisis Kualitatif Klorin Pada Sampel Beras Putih

3.7.3.1 Uji Nyala Api

a. Kontrol Positif

Sampel beras putih yang dibeli dari tempat penggilingan padi dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian ose yang akan digunakan dibersihkan dengan mencelupkan ose ke dalam HCl pekat dan dibakar hingga bersih, lalu ditempelkan ose pada sampel yang dilakukan penambahan larutan pemutih dengan kandungan dan ditambahkan larutan pemutih dengan kandungan NaOCl 5,25% dan bakar ose diatas nyala api spirtus. Sehingga hasil yang diperoleh positif dengan warna nyala api kuning (Sammulia dkk., 2020).

b. Kontrol Negatif

Sampel beras putih beras yang dibeli dari tempat penggilingan padi dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian ose yang akan digunakan dibersihkan dengan mencelupkan ose ke dalam HCl

pekat dan dibakar hingga bersih, lalu ditempelkan ose pada sampel dan bakar ose di atas nyala api spirtus. Sehingga hasil yang diperoleh positif dengan warna nyala api jingga (Sammulia dkk., 2020).

c. Sampel

Sampel beras putih yang beredar di Pasar Desa Pringu dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian Ose yang akan digunakan dibersihkan dengan mencelupkan Ose ke dalam HCl pekat dan dibakar hingga bersih, lalu ose ditempelkan pada sampel beras dan bakar ose di atas nyala api spirtus. Kemudian dilakukan pengamatan apabila positif mengandung klorin nyala api akan berwarna kuning (Sammulia dkk., 2020).

3.7.3.2 Uji Reaksi Warna

Diambil filtrat sebanyak 2 mL menggunakan pipet ukur 10 mL lalu filtrat dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dilakukan penambahan kalium iodida 10% sebanyak 3-5 tetes menggunakan pipet tetes dan amilum 1% sebanyak 2-3 tetes menggunakan pipet tetes. Kemudian dilakukan pengamatan apabila positif mengandung klorin larutan berubah warna menjadi biru (Sammulia dkk., 2020).

3.7.3.3 Uji Pengendapan

Diambil filtrat sebanyak 3 mL menggunakan pipet ukur 10 mL lalu filtrat dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dilakukan penambahan reagen asam nitrat (HNO_3) 3 N sebanyak 1 mL menggunakan pipet ukur 1 mL lalu dipanaskan dengan meletakkan tabung reaksi dalam beaker glass 250 mL yang dipanaskan diatas hotplate yang berisi akuades selama 2-3 menit. Ketika masih panas, ditambahkan reagen perak nitrat ($AgNO_3$) 5% sebanyak 5 tetes menggunakan pipet tetes. Kemudian dilakukan pengamatan apabila positif mengandung klorin larutan akan terbentuk endapan putih (Sammulia dkk., 2020).

3.8 Pengolahan, Penyajian dan Analisis Data

3.8.1 Pengolahan Data

Dalam pengolahan data diperoleh dengan metode analisis kualitatif berupa pengamatan yang dilakukan uji nyala api sebagai uji pendahuluan dengan mengamati perubahan warna larutan, lalu dilakukan uji reaksi warna sebagai uii identifikasi dengan mengamati warna nyala api, dan dilakukan uji pengendapan sebagai uji konfirmasi dengan mengamati perubahan larutan yang menghasilkan endapan berwarna putih.

3.8.2 Penyajian Data

Penyajian data dilakukan setelah mendapatkan data yang diperoleh hasil pelaksanaan dari Uji nyala api, Uji reaksi warna dan Uji pengendapan, selanjutnya disajikan dalam bentuk tabel. Adapun tabel berikut yang akan menyajikan data kontrol positif, data sampel B1 hingga B14 dengan dilakukan hasil replikasi sebanyak 3 kali serta hasil dokumentasi gambar yang diperoleh sebagai berikut:

Tabel 3. 2 Penyajian Data

No	Kode sampel	Hasil			Kesimpulan
		R1	R2	R3	
1	Kontrol positif				
2	B1				
3	B2				
4	B3				
5	..				
6	..				
7	..				
8	B14				

Keterangan : R1 = Replikasi 1

R2 = Replikasi 2

R3 = Replikasi 3

3.8.3 Analisis Data

Analisis data merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui bagaimana menggambarkan data, hubungan data, semantik data dan batasan data yang ada pada suatu sistem informasi (Edi dkk., 2009).

Analisis data memiliki fungsi yaitu untuk mengidentifikasi dan menetapkan kandungan klorin pada beras putih yang beredar di Pasar Desa Pringu Kabupaten Malang. Dengan membandingkan hasil pemeriksaan sampel dari masing-masing uji pada kontrol negatif dan positif. pada masing-masing uji dilakukan replikasi 3 kali, Karena untuk menghindari hasil positif palsu.