

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Desain Penelitian

Penelitian eksperimental yang bersifat deskriptif. Metode yang digunakan untuk menganalisis benzoat menggunakan Titrasi asam basa secara alkalimetri dengan tujuan untuk memberikan informasi jumlah kadar benzoat dalam saus tomat dan saus cabe dalam sachet (Fatimah, S *et al.*, 2015).

B. Lokasi Penelitian

1. Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada September 2021 - Januari 2022

2. Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Ngudi Waluyo

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Neraca analitik, Gelas Beaker, Pipet volume, Pipet ukur, Pipet tetes, Buret, Gelas ukur, Corong pisah, Erlenmeyer, Batang pengaduk, Spatula, Tabung Reaksi, Penangas air, Labu Ukur, Ball pipet, Klem dan Statif, Kompor listrik, Kertas Lakmus, Kertas Saring, Serbet, Tisu.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Saus tomat sachet merek A,B,C,D dan E dan saus cabe sachet merek A,B,C,D,dan E, NaCl (*Merck*), NaCl jenuh, Kalium Hidrogen Phtalat (KHP) (*Pudak*), NaOH 10%, HCl 5%, HCl pekat (*Merck*), Kloroform (*Merck*), NaOH 0,1 N, etanol p.a (*Merck*), Larutan NH₃ (*Merck*), FeCl₃ 0,5%, FeCl₃, Indikator fenolftalein (PP).

D. Pengambilan Sampel

Sampel pada penelitian ini adalah saus tomat sachet dan saus cabe sachet berbagai merek yang sering ditemukan di restoran cepat saji karena peminat masyarakat untuk memilih makanan cepat saji atau *junk food* sangat tinggi. Saus yang digunakan adalah saus dengan merek A,B,C,D dan E dimana pemilihan saus berdasarkan kandungan pengawet yang ingin diteliti terdapat dalam saus tersebut dan berdasarkan tingkat peminat konsumen tertinggi, masing-masing saus berjumlah 11 sachet untuk mendapatkan jumlah sampel yang diinginkan.

E. Perlakuan Sampel

1. Pembuatan NaOH 0,1 N

Sebanyak 1 gr NaOH padat ditimbang dengan neraca analitis lalu dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 ml, tambahkan sedikit aquadest agar larutan larut. Setelah terlarut sempurna, masukkan ke dalam labu ukur 250 ml, tambahkan aquadest sampai tanda batas.

2. Penyiapan Sampel

Masing-masing sampel saus tomat dan saus cabe ditimbang sebanyak 90 gr dengan neraca analitik dan ditambahkan 15 gr NaCl, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml. Selanjutnya tambahkan 150 ml NaCl jenuh dan NaOH 10% ke dalam labu ukur tersebut sehingga larutan yang diperoleh bersifat alkalis yang diuji dengan kertas lakmus. Kemudian larutan tersebut diencerkan dengan larutan NaCl jenuh sampai tanda batas dan dibiarkan selama 2 jam. Larutan tersebut dikocok setiap 30 menit dan selanjutnya disaring dengan kertas saring. Filtrat yang diperoleh kemudian diekstraksi (Fatimah, 2015)

3. Ekstraksi Sampel

Filtrat yang diperoleh pada penyiapan sampel dipipet 100 ml dan dimasukkan ke dalam corong pisah. Kemudian dinetralkan dengan penambahan HCl 5% dan ditambahkan lagi 5 ml HCl 5% sesudah keadaan netral tercapai (Dewi, 2011). Lalu diekstraksi dengan pelarut kloroform sebanyak 2 kali dengan volume yang berturut-turut 30 ml dan 30 ml. Untuk mencegah emulsi, dengan digoyang-goyang secara kontinu setiap kali ekstraksi dengan gerakan memutar atau rotasi. Lapisan kloroform kemudian ditampung dari setiap ekstraksi dengan volume pelarut tersebut. Selanjutnya semua lapisan kloroform dipanaskan menggunakan penagas air hingga pelarut habis dan residu asam benzoat warna putih pada dinding erlenmeyer. Filtrat yang kering

kemudian dilarutkan dengan etanol p.a 25 ml menggunakan pipet ukur 25 ml (Fatimah, 2015)

F. Pembakuan NaOH 0,1 N

Pembakuan NaOH 0,1 N menggunakan larutan standar primer yang tersedia dalam komposisi kimia yang jelas dan murni yaitu Kalium Hidrogen Phtalat (KHP). KHP ditimbang sebanyak 2,0433 gr lalu dilarutkan ke dalam aquadest yang telah dididihkan dan didinginkan sampai 50 ml dalam labu ukur lalu dihomogenkan. Ambil 10 ml larutan KHP yang telah dilarutkan dalam labu ukur 100 ml kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Lalu tambahkan 2-3 tetes indikator PP. Titrasi dengan larutan NaOH hingga terjadi perubahan warna merah muda tipis yang stabil setelah 15 detik. Dilakukan prosedur yang sama sebanyak 3 kali. (Fatimah, 2015)

$$\text{Perhitungan : } N \text{ NaOH} = 10 \frac{\text{gr KHP}}{\text{BE KHP} \times V \times V \text{ NaOH}}$$

Keterangan :

N NaOH : Normalitas NaOH

gr KHP : Berat KHP yang digunakan

BE KHP : 204,22

V NaOH : Volume larutan NaOH sebagai penitran

V : Volume larutan KHP

G. Pembuatan Reagen

1. NaOH 10%

Sebanyak 25 gr NaOH ditimbang masukkan ke dalam gelas beaker 100 ml lalu dilarutkan dengan aquadest, masukkan ke dalam labu ukur

250 ml dan tambahkan aquadest sampai tanda batas. NaOH 10% berfungsi untuk memperoleh larutan yang bersifat alkalis agar benzoat yang terdapat dalam sampel berubah menjadi bentuk garamnya.

2. HCl 5%

Sebanyak 33,78 ml HCl pekat masukkan dalam labu ukur 250 ml yang terlebih dahulu diisi sedikit aquadest, kemudian tambahkan aquadest sampai tanda batas.

3. NaCl jenuh

Larutkan 150 g NaCl dengan aquadest 500 ml ke dalam gelas beaker 1000 ml. Biarkan selama 2 jam. Lalu disaring dengan kertas saring. NaCl jenuh yang diperoleh sebanyak 500 ml.

H. Uji Kualitatif

Larutan saus hasil ekstraksi diambil sebanyak 10 ml dan ditambahkan larutan NH_3 sampai larutan tersebut menjadi basa yang diuji dengan kertas lakmus. Larutan tersebut kemudian diuapkan diatas penangas air. Residu yang diperoleh dilarutkan dengan air panas dan disaring. Selanjutnya tambahkan 3-4 tetes FeCl_3 . Asam benzoat ditunjukkan dengan adanya endapan yang berwarna coklat (Fatimah, 2015)

I. Uji Kuantitatif

Larutan saus hasil ekstraksi dipipet sebanyak 10 ml, kemudian masukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml. Larutan tersebut ditambah 2-3 tetes indikator pp lalu dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N yang telah dibakukan dengan KHP sampai terjadi perubahan warna menjadi merah

muda yang stabil selama 15 detik. Volume larutan NaOH 0,1 N yang digunakan dicatat. Lakukan pengulangan titrasi masing-masing sebanyak 5 kali (Fatimah, 2015)

Perhitungan :

Kadar Benzoat

$$\text{Kadar Na. Benzoat (\%)} = \frac{V \times N.\text{NaOH} \times \text{BE Na.Benzoat}}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

V : Volume NaOH yang terpakai saat titrasi

N : Normalitas rata-rata NaOH

BE natrium benzoat : 144

W : berat sampel

J. Analisa Data

Analisa statistik untuk hasil penentuan kadar benzoat dalam saus tomat dan saus cabe sachet adalah uji Anova menggunakan SPSS. SPSS merupakan salah satu program pengolahan data statistik yang reatif fleksibel. Uji Anova digunakan untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan kadar pengawet benzoat pada berbagai jenis saus tomat dan saus cabe (Susanti, 2016)

Uji Anova yang digunakan adalah Uji Anova One Way. Untuk melihat perbedaan kadar natrium benzoat pada berbagai sampel merek saus tomat sachet dan saus cabe sachet maka dilakukan beberapa uji yaitu uji normalitas dengan nilai signifikan $>0,05$, uji homogenitas dengan nilai

signifikan $>0,05$ dan uji Anova dengan nilai signifikan $<0,05$ menunjukkan adanya perbedaan dan nilai signifikan $>0,05$ menunjukkan tidak adanya perbedaan.