

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu pelaksanaan penelitian pada bulan Januari sampai bulan Maret 2014. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Patologi, Entomologi dan Mikrobiologi (PEM) Fakultas Pertanian dan Peternakan, Universitas Islam Negeri Sultan Syarif Kasim Riau.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: peralatan gelas laboratorium, kertas saring, labu Erlenmeyer, buret, statif dan klem, gelas arloji, labu ukur, pipet volume, dan timbangan analitik.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: bunga asoka (*S. indica*) yang berwarna merah, indikator fenolftalein, indikator metil orange, larutan buffer briton robinson pada pH 3-10, HCl, NaOH, NH₄OH, CH₃COOH, H₂C₂O₄ · 2H₂O dan Etanol 95%.

C. Cara Kerja

1. Pembuatan Indikator Alami

Sebanyak 20 g kelopak bunga asoka (*S. indica*) segar yang berwarna merah dibersihkan dari kotoran atau debu yang menempel, lalu kelopak bunga asoka dipotong kecil-kecil kemudian dimaserasi dengan 100 mL etanol 95% selama 24 jam dalam wadah tertutup. Selanjutnya disaring

menggunakan kertas saring untuk mendapatkan ekstrak bunga. Perubahan warna ekstrak bunga pada berbagai pH diamati dengan menggunakan larutan buffer Britton Robinson pada berbagai pH. Perubahan warna diperoleh dengan menambahkan 3 tetes ekstrak bunga asoka (*S. indica*) kedalam 3 mL larutan buffer (pH 3 s/d 10).

2. Standarisasi Larutan NaOH dengan Larutan Standar Primer $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$.¹

- a. Menimbang 1,26 gram $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ dengan neraca analitik dan melarutkannya ke dalam 10 mL akuades yang ditempatkan dalam gelas kimia. Kemudian memasukkan campuran tersebut ke dalam labu ukur 100 mL dan menambahkan akuades sampai tanda batas dan diaduk sampai larutan homogen.
- b. Menimbang 4.0 gram NaOH dengan neraca analitik, melarutkannya dengan sedikit akuades yang ditempatkan di dalam gelas kimia, kemudian memasukkan campuran tersebut ke dalam labu ukur 1000 mL dan mengencerkannya dengan akuades sampai tanda batas.
- c. Memasukkan 5 mL larutan NaOH ke dalam Erlenmeyer dan menambahkan 3 tetes indikator fenolftalein lalu dititrasi dengan larutan $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ 0,1 M hingga warna pink hilang.

¹ Das Salirawati dan Regina Tutik Padmaningrum, *Pengembangan Prosedur Penentuan Kadar Asam Cuka Secara Titrasi Asam Basa dengan Berbagai Indikator Alami (Sebagai Alternatif Pratikum Titrasi Asam-Basa di SMA)*, Jurdik Kimia FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta, 2012, hlm. 15.

- d. Melakukan prosedur 1.c sebanyak 5 kali dan mencatat volume asam oksalat yang diperlukan untuk mengubah warna pink menjadi tidak berwarna.
3. Pembuatan 500 mL HCl 0,1M dari HCl Pekat (11,6 M)

400 mL akuades dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, kemudian ditambahkan 4.3 mL HCl secara perlahan-lahan kedalam labu ukur ini, dikocok sampai homogen, kemudian tuangkan akuades sisa kedalam labu ukur sampai tanda batas, dikocok kembali.
4. Pembuatan 500 mL CH₃COOH 0,1 M dari CH₃COOH Pekat (17,5 M)

400 mL akuades dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL, kemudian ditambahkan 2,9 mL CH₃COOH Pekat (17,5 M), dikocok larutan sampai homogen, kemudian tuangkan akuades sisa kedalam labu ukur sampai tanda batas.
5. Pembuatan 500 mL NH₄OH 0.1 M dari NH₄OH Pekat (14.8 M)

400 mL akuades dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL. kemudian ditambahkan 3.4 mL NH₄OH pekat secara perlahan-lahan ke dalam labu ukur ini, dikocok sampai homogen. kemudian tuangkan akuades sisa kedalam labu ukur sampai tanda batas, dikocok kembali.
6. Percobaan dengan Indikator Alami

3 tetes indikator alami dari ekstrak bunga asoka (*S. indica*) ditambahkan kedalam 10.0 mL HCl dan CH₃COOH kemudian dititrisi menggunakan NaOH atau NH₄OH sebagai titran, jenis titrasi asam–basa yang dilakukan berturut-turut adalah; asam kuat oleh basa kuat, asam

lemah oleh basa kuat dan asam kuat oleh basa lemah. Titrasi dihentikan jika telah mencapai titik ekuivalen, penelitian ini dilakukan dengan 10 kali pengulangan. Titrasi dilakukan pada suhu kamar.

7. Percobaan dengan Indikator Sintesis

3 tetes indikator sintesis (fenolftalein dan metil orange) ditambahkan kedalam 10.0 mL HCl dan CH_3COOH kemudian dititrasi menggunakan NaOH atau NH_4OH sebagai titran, jenis titrasi asam–basa yang dilakukan berturut-turut adalah; asam kuat oleh basa kuat, asam lemah oleh basa kuat dan asam kuat oleh basa lemah. Titrasi dihentikan jika telah mencapai titik ekuivalen, penelitian ini dilakukan dengan 10 kali pengulangan. Titrasi dilakukan pada suhu kamar.

D. Teknik Analisis Data

1. Perhitungan Konsetrasi Asam dalam titrasi

Penelitian ini menggunakan teknik analisis deskriptif kuantitatif, yaitu melihat ketepatan (akurasi) dan kecermatan (kecermatan) indikator alami sebagai penentu titik akhir titrasi dan membandingkannya dengan indikator fenolftalein atau metil orange (variabel kontrol). Untuk keperluan analisis, mula-mula dihitung volume titran rata-rata yang diperlukan untuk mencapai titik akhir.

2. Penentuan Kecermatan (Presisi)

Presisi atau kecermatan suatu metode dapat diuji dengan pengulangan analisis. Jika suatu pengukuran diulang-ulang, sedangkan variasi hasilnya kecil, maka dapat dikatakan bahwa kecermatan pengukuran tersebut

tinggi.² Presisi dinyatakan dalam besar kecilnya deviasi standar atau Deviasi standar relatif (RSD).³ Deviasi standar atau simpangan baku merupakan ukuran penyebaran yang paling sering digunakan. Mayoritas nilai data cenderung berada dalam satu deviasi standar dari mean, dan hanya sebagian kecil saja yang terletak diluar deviasi standar dari meannya.⁴ Deviasi standar (s) dihitung dengan rumus⁵:

$$\text{Deviasi standar } (s) = \sqrt{\frac{\sum [x - \bar{x}]^2}{N - 1}}$$

Keterangan:

s = Deviasi standar

x = Nilai masing-masing pengamatan/pengukuran

\bar{x} = Nilai rata-rata hasil pengamatan/pengukuran

N = Banyaknya pengamatan/pengukuran

Sedangkan nilai Deviasi standar relatif (RSD) dihitung dengan rumus:⁶

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Keterangan:

RSD = % Deviasi standar relatif

SD = Deviasi standar

\bar{X} = Rata-rata

²Das Salirawati dan Regina Tutik Padmaningrum, *Op. Cit.*, hlm. 18.

³Ade Heri Mulyani, Sutanto dan Dewi Apriyani, *Validasi Metode Analisis Kadar Ambroksol Hidroklorida daam Tablet Cystelis Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*, Jurnal Ekologia vol. 11 No. 2, 2011.

⁴Harinaldi. *Prinsip- prinsip Statistik untuk Teknik dan Sains*. Jakarta, 2005, hlm. 35.

⁵ RA Day dan Underwood, *Op. Cit.*, hlm. 17.

⁶Erina Oktavia, *Teknik Validasi Metode Analisis Kadar Ketoprofen Secara Kromatografi Kinerja Tinggi*, Buletin Teknik Pertanian Vol. 11 No. 1. 2006, hlm. 25.

3. Penentuan Ketepatan (Akurasi)

Hasil yang akurat adalah sesuatu yang disepakati sangat mendekati nilai yang sebenarnya dalam suatu pengukuran kuantitas. Pengukuran ketepatan/keakuratan hasil pengukuran dilakukan dengan menghitung galat mutlak dan galat relatif. Keakuratan atau ketepatan suatu metode diketahui dari galat relatif (%) bila data hasil pengukuran dengan metode tersebut dibandingkan dengan data hasil pengukuran dengan metode yang dianggap benar.⁷ Adapun rumus untuk mencari galat relatif adalah sebagai berikut:

$$\text{Galat Relatif} = \frac{\text{galat mutlak}}{V_{\text{NaOH Teoritis}}} \times 100\%$$

4. Tes untuk Signifikansi Perbandingan antara Dua Rata-rata

Untuk menguji hasil pengukuran yang diperoleh dengan metode analitik yang baru dapat dilakukan dengan cara membandingkan hasil pengukuran dengan hasil yang diperoleh dari metode baku yang menjadi acuan, dimana pendekatan statistik untuk masalah ini adalah dengan hipotesis nol. Tes *t* memberikan jawaban ya atau tidak terhadap pembenaran dari hipotesis nol dengan keyakinan yang pasti, seperti 95% atau bahkan 99%.⁸

Ho = Tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara volume titran rata-rata dalam titrasi asam-basa menggunakan indikator ekstrak bunga asoka

⁷ Regina Tutik Padmaningrum, Siti Marwati dan Antuni Wiyarsi, *Karakter Ekstrak Zat Warna Kayu Secang (Caesalpinia sappan L) sebagai Indikator Titrasi Asam Basa*, Prossiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta, 2012, hlm. K-8.

⁸RA.Day dan A.L Underwood, *Op. Cit.*, hlm. 21.

dengan volume titran rata-rata dalam titrasi asam-basa menggunakan indikator fenolftalei dan metil orange (sebagai kontrol).

Ha = Terdapat perbedaan yang signifikan antara volume titran rata-rata dalam titrasi asam-basa menggunakan indikator ekstrak bunga asoka dengan volume titran rata-rata dalam titrasi asam-basa menggunakan indikator fenolftalein dan metil orange (sebagai kontrol).

Bila kita memiliki dua rataan dengan deviasi standar yang sama secara bermakna, maka suatu taksiran gabung untuk deviasi standar dapat dihitung dari masing-masing simpangan baku s_1 dan s_2 dengan menggunakan rumus:⁹

$$s = \sqrt{\frac{\{(n_1 - 1) s_1^2 + (n_2 - 1) s_2^2\}}{(n_1 + n_2 - 2)}}$$

Berdasarkan perhitungan s gabung, maka dapat dihitung nilai t sebagai berikut:¹⁰

$$t = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{s} \sqrt{\frac{n_1 \cdot n_2}{n_1 + n_2}}$$

Keterangan :

\bar{x}_1 = Volume titran rata-rata menggunakan indikator ekstrak bunga asoka

\bar{x}_2 = Volume titran rata-rata menggunakan indikator fenolftalein atau metil orange

n_1 = Banyaknya pengukuran menggunakan indikator ekstrak bunga asoka

n_2 = Banyaknya pengukuran menggunakan indikator ekstrak fenolftalein atau metil orange

⁹ Miller JC & Miller JN, *Statistik untuk Kimia Analitik*, ITB, Bandung, 1991, hlm. 49-50.

¹⁰ RA.Day & Underwood *Loc. Cit.*

$s = s$ gabung

jika nilai t_{hitung} lebih besar dari pada t_{tabel} maka H_a diterima, tetapi jika nilai t_{hitung} lebih kecil dari pada t_{tabel} maka H_0 diterima dan indikator alami dapat digunakan sebagai pengganti indikator fenolftalein atau metil orange.