

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

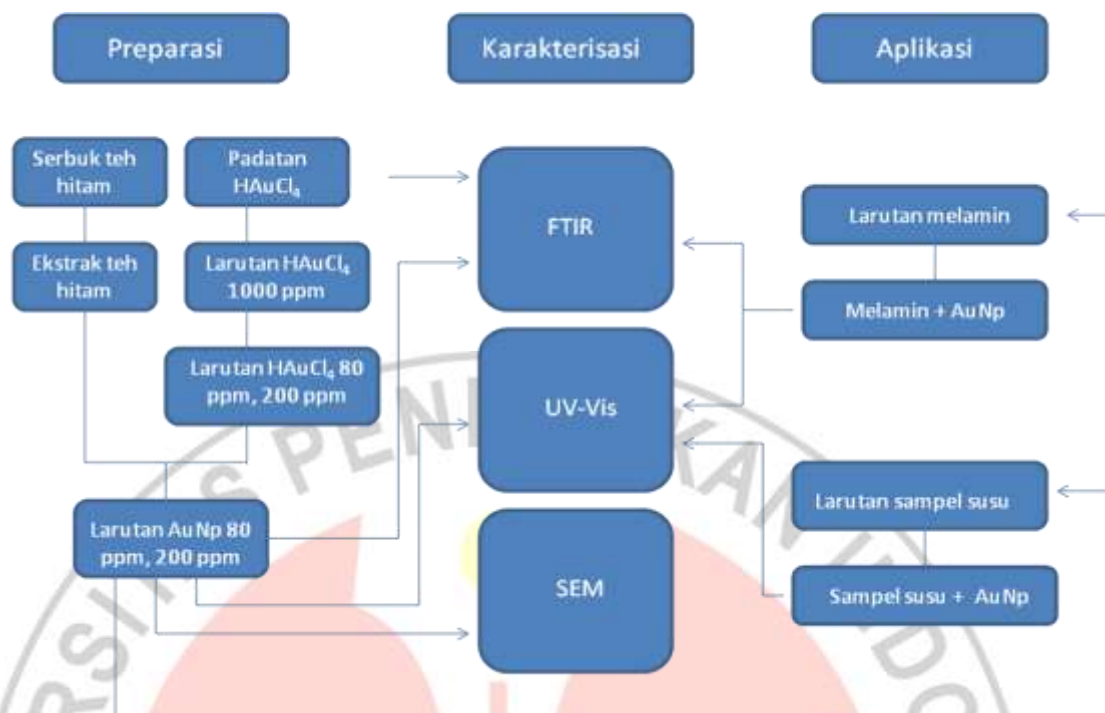
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material dan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen, Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Determinasi tanaman teh hitam (*Camellia sinensis*) dilakukan di Laboratorium Mikrobiologi, Sekolah Ilmu dan Teknologi Hayati, Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Hiroshima University, Jepang. Penelitian dimulai dari bulan Februari sampai Mei 2013.

3.2 Metode Penelitian

Penelitian dilakukan melalui tahap-tahap sebagai berikut :

1. Membuat ekstrak teh hitam (*Camellia sinensis*) sebagai bahan untuk preparasi nanopartikel emas (AuNp),
2. Membuat larutan H_{AuCl}₄ dengan berbagai konsentrasi, yaitu 80 ppm, 200 ppm dan 1000 ppm,
3. Membuat nanopartikel emas (AuNp) dengan menggunakan ekstrak teh hitam (*Camellia sinensis*),
4. Membuat larutan melamin dengan berbagai konsentrasi 1000 ppm, 500 ppm, 100 ppm, 25 ppm, 10 ppm, dan 1 ppm, untuk pendeteksi melamin oleh nanoapartikel emas,
5. Melakukan analisis dan karakterisasi dengan menggunakan UV-Vis, FTIR dan SEM.



Gambar 3.1 Bagan Alir

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan meliputi alat-alat gelas yang digunakan di laboratorium, seperti gelas kimia (400 mL, 250 mL dan 100 mL), batang pengaduk, corong biasa, labu ukur (50 mL dan 10 ml), pipet tetes, pipet volume (5 mL), gelas ukur (100 mL, 10 mL, dan 5 mL), Erlenmeyer, tabung reaksi, rak tabung, spatula, kaca arloji, tabung sentrifuge, magnetic stirrer, hot plate, cawan petri, botol vial (10 mL), botol semprot, ball filler, sentrifuge, oven dan neraca analitik.

Peralatan yang digunakan untuk keperluan analisis adalah spektrofotometer UV-Vis, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR, Shimadzu-8400) dan SEM.

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan, yaitu daun teh hitam (yang diambil dari perkebunan teh di Pangalengan), $\text{HAuCl}_{4.3}\text{H}_2\text{O}$ (Aldrich), Aquabides, Metanol,

Melamin, Asam Trikloroasetat (TCA), plastik *wrap*, kertas saring, dan susu formula bayi.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Ekstrak Teh Hitam

Serbuk teh hitam sebanyak 5,0621 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan metanol sebanyak 100 mL. Setelah dicampurkan, gelas kimia tersebut ditutup oleh plastic *wrap* agar tidak menguap. Campuran dipanaskan pada suhu 40°C dalam hot plate dan diaduk dengan kecepatan sedang oleh magnetic stirrer selama 30 menit. Setelah 30 menit, campuran tersebut dimaserasi dengan cara didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Ekstrak teh hitam yang telah dimaserasi, kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman.

3.4.2 Pembuatan Larutan

3.4.2.1 Pembuatan Larutan Induk H_{Au}Cl₄ 1000 ppm

Larutan H_{Au}Cl₄ dibuat dengan cara menimbang sebanyak 0,05 gram H_{Au}Cl₄·3H₂O yang dilarutkan oleh aquabides. Kemudian larutan diencerkan dengan aquabides dalam labu ukur 50 mL.

3.4.2.2 Pembuatan Larutan H_{Au}Cl₄ 80 ppm dan 200 ppm

Dari larutan H_{Au}Cl₄ 1000 ppm diambil sebanyak 2 mL untuk konsentrasi larutan 200 ppm dan diambil sebanyak 0,8 mL untuk konsentrasi larutan 80 ppm. Keduanya diencerkan dengan aquabides dalam masing-masing labu ukur 10 mL.

3.4.2.3 Pembuatan Pelarut Metanol 50%

Metanol diukur sebanyak 100 mL dan ditambahkan 100 mL aquabides. Campuran diaduk dan dihomogenkan selama 30 menit.

3.4.2.4 Pembuatan Larutan Melamin Induk 1000 ppm

Sebanyak 50 mg melamin dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, ditambah metanol 50% sehingga konsentrasinya menjadi 1000 ppm. Larutan tersebut dihomogenkan selama 30 menit.

3.4.2.5 Pembuatan Larutan Melamin 500 ppm

Sebanyak 25 mL larutan melamin 1000 ppm diambil dan diencerkan dengan pelarut metanol 50% dalam labu ukur 50 mL. Larutan diaduk dan dihomogenkan selama 30 menit.

3.4.2.6 Pembuatan Larutan Melamin 100 ppm

Sebanyak 10 mL larutan melamin 500 ppm diambil dan diencerkan dengan pelarut metanol 50% dalam labu ukur 50 mL. Larutan diaduk dan dihomogenkan selama 30 menit.

3.4.2.7 Pembuatan Larutan Melamin 25 ppm, 10 ppm dan 1 ppm

Sebanyak 2,5 mL, 1 mL dan 0,1 mL larutan melamin 100 ppm diambil dan diencerkan dengan pelarut metanol 50% dalam masing-masing labu ukur 10 mL. Larutan diaduk dan dihomogenkan selama 30 menit.

3.4.2.8 Pembuatan Larutan Asam Trikloroasetat (TCA)

Sebanyak 5 gram TCA diencerkan dengan pelarut metanol 50% dalam labu ukur 50 mL. Larutan diaduk dan dihomogenkan.

3.5 Preparasi Nanopartikel Emas (AuNp) Menggunakan Ekstrak Teh Hitam

10 mL larutan HAuCl_4 80 ppm dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer dan dipanaskan dalam hot plate pada suhu 40°C dan diaduk dengan kecepatan sedang oleh magnetic stirrer. Amati larutan sampai muncul uap-uap pada dinding Erlenmeyer (setelah 2 menit). Kemudian setelah terdapat uap-uap, ditambahkan 1 tetes ekstrak teh hitam. Pemanasan dan pengadukan dilakukan sampai warna larutan berwarna merah anggur. Waktu yang diperlukan sekitar 10 menit. Selanjutnya, hal yang sama dilakukan untuk larutan 10 mL HAuCl_4 200 ppm. Kedua larutan hasil sintesis tersebut diukur panjang gelombangnya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dilakukan analisis oleh FTIR dan SEM.

3.6 Pengujian Deteksi Melamin oleh Nanopartikel Emas (AuNp)

Campurkan 2 mL larutan melamin dengan berbagai konsentrasi, yaitu 1000 ppm, 500 ppm, 100 ppm, 50 ppm, 25 ppm, 10 ppm dan 1 ppm dengan 2 mL larutan TCA di dalam tabung reaksi. Dibuat sebanyak 12 buah tabung reaksi

dengan volume yang sama. Sebanyak 2 mL larutan nanopartikel Au ditambahkan tetes demi tetes ke dalam masing-masing tabung reaksi. Amati perubahan warna yang terjadi. Selanjutnya, seluruh larutan yang telah diuji diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.7 Preparasi Sampel Susu

3.7.1 Tanpa Melamin

Sebanyak 0,1 033 gram susu ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan TCA sebanyak 2 mL dan diencerkan dengan pelarut metanol 50% sampai tanda batas. Diaduk dan dihomogenkan selama 30 menit. Dimasukkan ke dalam tabung sentrifuge ukuran 15 mL dan disentrifuge selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm.

3.7.2 Dengan Melamin 500 ppm

Sebanyak 0,1101 gram susu ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan TCA sebanyak 2 mL dan ditambahkan 2 mL melamin 500 ppm. Diencerkan dengan pelarut metanol 50% sampai tanda batas. Diaduk dan dihomogenkan selama 30 menit. Dimasukkan ke dalam tabung sentrifuge ukuran 15 mL dan disentrifuge selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm.

3.8 Pengujian Deteksi Melamin Pada Susu oleh Nanopartikel Emas (AuNp)

Sebanyak 2 mL larutan sampel susu tanpa melamin dan 2 mL larutan sampel susu dengan melamin 500 ppm yang telah disentrifuge, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan 2 mL larutan AuNp 200 ppm tetes demi tetes ke dalam masing-masing tabung reaksi. Amati perubahan warna yang terjadi dan bandingkan kedua warnanya. Selanjutnya, larutan sampel susu tanpa melamin yang telah ditambahkan AuNp diukur panjang gelombangnya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.9 Analisis Menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Spektrofotometer

Sampel yang dianalisis oleh FTIR adalah :

1. Tanaman teh hitam (*Camellia sinensis*),
2. Padatan $\text{HAuCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
3. Larutan nanopartikel emas (AuNp) hasil sintesis yang telah dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 60°C ,
4. Campuran larutan nanopartikel emas (AuNp) dan melamin yang telah dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 60°C .

