

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis dan Rancangan Penelitian

Jenis penelitian ini adalah eksperimen dengan desain penelitian Rancangan Acak Lengkap (RAL). Terdapat dua variabel yang digunakan yaitu variabel independen/bebas adalah serbuk buah belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi L.*), sedangkan variabel dependen/terikat dalam penelitian ini adalah bilangan peroksida dan kadar asam lemak bebas dalam minyak jelantah. Pemeriksaan bilangan peroksida menggunakan metode Iodometri sedangkan pemeriksaan kadar asam lemak bebas menggunakan metode Alkalimetri. Variasi konsentrasi yang digunakan yaitu 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30% dengan pengulangan dilakukan sebanyak 4 kali sesuai dengan hasil perhitungan menggunakan rumus *Frederer* $(t - 1) (n - 1) \geq 15$ dan lama perendaman 3 hari (Putri Utami S *et al.*, 2020).

B. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Terpadu pada bulan Mei sampai Juni 2022.

C. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah minyak jelantah yang diperlakukan dengan serbuk buah belimbing wuluh (*Avherroa bilimbi L.*), yang didapat dari salah satu rumah makan di Kecamatan Gedongtataan Kabupaten Pesawaran. Buah belimbing wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) dijadikan serbuk dengan variasi konsentrasi 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30% yang digunakan sebagai adsorben minyak jelantah.

D. Variabel dan Definisi Operasional Penelitian

Tabel 3.1 Variabel dan Definisi Operasional Penelitian

No.	Variabel	Definisi	Cara Ukur	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala
1. Independen						
	Serbuk buah belimbing wuluh (<i>Averrhoa bilimbi L.</i>)	Buah Belimbing Wuluh (<i>Avherroa bilimbi L.</i>) yang dijadikan serbuk dengan variasi konsentrasi 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30%.	Ditimbang	Neraca Analitik	% b/v	Ordinal
2. Dependen						
	Bilangan Peroksida	Bilangan peroksida sebelum dan setelah penambahan serbuk Buah Belimbing Wuluh (<i>Avherroa bilimbi L.</i>)	Iodometri	Buret	< 10 meq O ₂ /kg	Rasio
	Kadar Asam Lemak Bebas	kadar asam lemak bebas sebelum dan setelah penambahan serbuk Buah Belimbing Wuluh (<i>Avherroa bilimbi L.</i>)	alkalimetri	Buret	Maks. 0,3%	Rasio

E. Pengumpulan Data

1. Prosedur Penelitian

- a. Pengajuan permohonan izin dari jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Tanjungkarang untuk dilakukan determinasi dan pembuatan serbuk buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) di Laboratorium Fakultas MIPA Universitas Lampung.
- b. Pengumpulan bahan-bahan pemeriksaan seperti minyak jelantah dan buah belimbing wuluh (*Avherroa bilimbi L.*).
- c. Pembuatan simplisia buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*), dikeringkan dengan menggunakan oven suhu 50°C (Mardiyah, 2018).
- d. Penghalusan simplisia buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) menggunakan blender (Tupamahu *et al.*, 2019) atau dengan mortar (Mardiyah, 2018).
- e. Penyaringan simplisia menggunakan saringan ≤ 60 mesh.
- f. Perlakuan sampel (minyak jelantah) dengan serbuk buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*), 100 ml sampel ditambahkan serbuk dengan

konsentrasi yang berbeda dan perendaman selama 3 hari (Putri Utami S *et al.*, 2020).

- g. Pengujian bilangan peroksida dan kadar asam lemak bebas dengan metode titrasi iodometri dan alkalimetri.
- h. Analisis data hasil pengujian sampel.

2. Metode Pemeriksaan

Pemeriksaan bilangan peroksida menggunakan metode titrasi Iodometri dan pemeriksaan kadar asam lemak bebas menggunakan metode titrasi Alkalimetri.

3. Prosedur Kerja

a. Alat-alat

Neraca analitik, Erlenmeyer 250 mL, pipet volume, pipet ukur, buret, statif dan klem buret, aluminium foil, beaker glass, corong gelas, batang pengaduk, kertas saring, wadah sampel, vacuum pump, blender atau mortar, saringan 60 mesh, hot plate dan oven.

b. Bahan

Minyak jelantah, buah belimbing wuluh, Larutan kalium iodidat (KIO_3), kalium iodide (KI) 10%, larutan standar natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,1N, larutan amilum 1%, aquadest (air suling), pelarut organik asam asetat glacial:kloroform (3:2), etanol 95%, larutan indikator PP 1%, NaOH 0,1 N, HCl 4 N.

c. Pembuatan serbuk buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*)

Buah belimbing wuluh yang digunakan adalah buah yang sudah tua, berwarna hijau dan masih memiliki tekstur yang keras, buah belimbing yang disiapkan sebanyak ± 5 kg, buah yang didapat dijadikan serbuk dengan cara sebagai berikut:

- 1) Buah belimbing wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) dicuci bersih
- 2) Kemudian diiris tipis dan dikeringkan menggunakan oven dengan suhu $50^\circ-80^\circ C$ selama $\pm 4-10$ hari atau sampai benar-benar kering (Mardiyah, 2018).
- 3) Buah belimbing yang sudah kering dihaluskan menggunakan blender (Tupamahu *et al.*, 2019).

- 4) Kemudian buah belimbing yang telah dihaluskan di ayak/saring lolos 60 mesh (S. Susilowati *et al.*, 2021).

d. Perlakuan Sampel

Minyak jelantah yang digunakan didapat dari Rumah Makan di Kecamatan Gedongtataan, Kabupaten Pesawaran, minyak jelantah yang disiapkan sebanyak 2800 ml, minyak jelantah yang didapat diperlakukan dengan cara sebagai berikut:

- 1) Disiapkan 7 erlenmeyer dan beri label pada masing-masing erlenmeyer
- 2) Kemudian minyak jelantah dimasukkan kedalam erlenmeyer masing-masing sebanyak 100 ml
- 3) Ditambahkan serbuk buah belimbing wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) dengan variasi konsentrasi 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30% ke dalam masing-masing erlenmeyer yang telah berisi minyak jelantah
- 4) Minyak jelantah yang telah ditambahkan serbuk buah belimbing wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) kemudian tutup erlenmeyer menggunakan alumunium foil dan dihomogenkan menggunakan batang pengaduk
- 5) Diamkan selama 3 hari. Setelah 3 hari minyak disaring menggunakan kertas saring dan dilakukan pemeriksaan bilangan peroksida dan asam lemak bebas (Putri Utami S *et al.*, 2020).
- 6) Sampel minyak jelantah dilakukan pengulangan sebanyak 4 kali, dari perlakuan sampel sampai dengan pemeriksaan bilangan peroksida dan asam lemak bebas.

e. Pemeriksaan bilangan Peroksida (BSN, 2019)

Prinsip: Kalium iodida yang ditambahkan ke dalam sampel akan bereaksi dengan peroksida yang ada pada minyak. Banyaknya iod yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standar tiosulfat menggunakan indikator amilum, ditandai dengan warna biru tepat hilang.

- 1) Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dengan KIO_3 0,1 N
 - a) Memipet 10 ml larutan standart KIO_3 0,1 N kemudian masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml
 - b) Lalu tambahkan 10 ml KI 10% dan tambahkan 2,5 ml HCl 4 N
 - c) Dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai kuning muda
 - d) Tambahkan indikator amylum 1% sebanyak 2-3 ml lalu dititrasi lagi sampai warna biru tepat hilang.

Rumus yang digunakan untuk menghitung normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah sebagai berikut:

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

Keterangan:

$V1$ = volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang terpakai saat titrasi

$N1$ = normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

$V2$ = volume KIO_3

$N2$ = normalitas KIO_3

- 2) Penetapan bilangan peroksida
 - a) Menimbang 5 gram sampel yang telah diperlakukan dengan serbuk buah belimbing sebanyak 6 erlenmeyer dan 1 erlenmeyer minyak tanpa perlakuan, masukkan kedalam erlenmeyer 250 ml
 - b) Ditambahkan 30 ml larutan asam asetat-kloroform (perbandingan 3:2), tutup erlenmeyer goyangkan bahan sampai homogen
 - c) Tambahkan 1 ml larutan KI, kemudian kocok selama 1 menit
 - d) Tambahkan 30 ml aquadest kemudian tutup erlenmeyer segera dan kocok
 - e) Titrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna kuning hampir hilang, lalu tambahkan dengan indikator amylum 1% sebanyak 1 ml titrasi kembali sampai warna biru tepat hilang.
- 3) Penetapan blanko
 - a) Dipipet larutan asam asetat-kloroform (3:2) sebanyak 30 ml
 - b) Ditambahkan KI sebanyak 1 ml, kemudian dihomogenkan dan diamkan selama 10 menit sesekali digoyangkan

- c) Ditambahkan aquadest sebanyak 100 ml
- d) Dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hingga berwarna kuning jerami
- e) Ditambahkan dengan amylum 1% hingga berwarna biru tepat hilang.

Rumus yang digunakan untuk menghitung Bilangan Peroksida adalah sebagai berikut:

$$\text{Bilangan Peroksida (mek peroksida/kg)} = \frac{(V_0 - V_1) \times N}{W \text{ sampel}} \times 1000$$

Keterangan:

V_0 : volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan pada Penetapan sampel (ml)

V_1 : volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan pada penetapan blanko (ml)

N : normalitas larutan standar natrium tiosulfat (N)

W : bobot sampel yang diuji (gram)

- f. Pemeriksaan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) (BSN, 2019)

Prinsip: pelarutan sampel dalam pelarut organik dan dinetralkan dengan larutan basa (kalium hidroksida atau sodium hidroksida).

- 1) Ditimbang 28 gram sampel minyak jelantah dan masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml
- 2) Tambahkan dengan etanol 95% hangat sebanyak 50 ml
- 3) Tambahkan larutan indikator PP sebanyak 5 tetes
- 4) Titrasi sampel menggunakan larutan NaOH 0,1 N sampai berwarna merah jambu

Rumus yang digunakan untuk menghitung % Asam Lemak Bebas (FFA) adalah sebagai berikut:

$$\% \text{ FFA (Sebagai asam palmitat)} = \frac{256 \times V \times N}{W \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan:

V : volume larutan NaOH atau KOH yang diperlukan, dinyatakan dalaml mililiter (ml)

N : normalitas KOH atau NaOH dalam normalitas (N)

W : bobot sampel yang diuji, dinyatakan dalam gram (g)

256 : Mr asam palmitat

F. Pengolahan dan Analisis Data

1. Pengolahan Data

Data diperoleh dengan cara dilakukan pemeriksaan bilangan peroksida dan kadar asam lemak bebas dalam minyak jelantah sebelum dan setelah penambahan serbuk buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) dengan variasi konsentrasi 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30%.

2. Analisis Data

Data dari masing-masing massa serbuk buah Belimbing Wuluh (*Avherroa bilimbi L.*) dianalisis menggunakan uji ANOVA (*Analysis Of Variance*) dengan taraf kesalahan $p=0,000 (<0.05)$.

G. Ethical Clearence (Persetujuan Etik)

Penelitian yang dilakukan atas izin komisi etik, penelitian ini tidak akan menimbulkan bahaya bagi lingkungan, limbah yang dihasilkan dair proses penelitian ini akan dikumpulkan dan dimusnahkan dalam penanganan limbah. Limbah larutan uji ditangani dengan cara langsung dibuang ke saluran pembuangan, dikarenakan limbah larutan tidak membahayakan lingkungan. Limbah serbuk uji ditangani dengan langsung membuahkan ke pembuangan limbah non dosmetik, dikarenakan limbah tidak membahayakan lingkungan.