

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis dan Desain Penelitian

Jenis dari penelitian ini adalah penelitian eksperimental. Ada dua variabel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu variabel independen (bebas) adalah serbuk kulit buah naga sedangkan variabel dependen (terikat) dalam penelitian ini adalah bilangan asam dan bilangan peroksida pada minyak jelantah.

B. Lokasi dan Waktu Penelitian

1. Lokasi

Tempat dilakukannya penelitian ini adalah di Laboratorium Kimia Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Kemenkes Tanjungkarang.

2. Waktu

Waktu dilakukannya penelitian ini adalah pada bulan April-Mei tahun 2024.

C. Subyek Penelitian

Dalam penelitian ini menggunakan sampel minyak jelantah yang didapatkan dari salah satu pedagang pecel lele yang sudah dilakukan penggorengan dan kulit buah naga yang sudah dijadikan serbuk, jumlah perlakuan dan banyaknya pengulangan didapatkan dari hasil perhitungan rumus Federer dibawah ini:

Perhitungan:

$$(t - 1) (n - 1) \geq 15$$

$$(6 - 1) (n - 1) \geq 15$$

$$6n - 6 - n + 1 \geq 15$$

$$5n - 5 \geq 15$$

$$5n \geq 15 + 5$$

$$n \geq 20 : 5$$

$$n \geq 4 \text{ (Jadi pengulangan dilakukan sebanyak 4 kali)}$$

Keterangan :

n = Jumlah pengulangan

t = Jumlah perlakuan

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 kulit buah naga	Kulit buah naga yang dijadikan serbuk dan ditambahkan dalam minyak jelantah dengan variasi konsentrasi 0%, 4%, 8%, 12%, 16% dan 20%	Ditimbang	Neraca Analitik Elektrik	% b/v	Rasio
	Minyak Jelantah	Minyak goreng yang sudah dilakukan penggorengan	Ditimbang	Neraca Analitik Elektrik	gram	Rasio
2. Dependen						
	Bilangan Peroksida	Bilangan peroksida pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit buah naga	Iodometri	Buret	meq O ₂ /kg	Rasio
	Bilangan Asam	Bilangan asam pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit buah naga	Alkalimetri	Buret	mg KOH/gram	Rasio

E. Teknik Pengumpulan Data

Pada penelitian ini teknik pengumpulan data yang digunakan adalah dengan mencatat hasil penurunan bilangan asam dan bilangan peroksida pada minyak jelantah yang sudah dititrasi dengan serbuk kulit buah naga dengan konsentrasi 0%b/v, 4%b/v, 8%b/v, 12%b/v, 16%b/v, dan 20%b/v kemudian dilakukan pengulangan sebanyak 4 kali.

1. Prosedur Penelitian

- a. Melakukan pengumpulan bahan yang akan dipakai untuk penelitian seperti kulit buah naga dan minyak jelantah pedagang pecel lele.

- b. Menyiapkan alat dan membuat reagen yang akan digunakan untuk melakukan titrasi iodometri dan titrasi alkalimetri.
- c. Pembuatan serbuk kulit buah naga dengan cara dikeringkan dalam oven suhu 40°C lalu dihaluskan dan dilakukan penyaringan menggunakan saringan 60 mesh.
- d. Sampel (minyak jelantah) dipipet 100 ml kemudian diberikan perlakuan dengan penambahan serbuk kulit buah naga sesuai variasi konsentrasi dan dilakukan perendaman selama 1 hari.
- e. Dilakukan pengujian bilangan asam dan bilangan peroksida menggunakan metode titrasi alkalimetri dan titrasi iodometri.
- f. Melakukan analisis data hasil uji sampel.

2. Metode Pemeriksaan

a. Penentuan Bilangan Asam

Metode yang digunakan dalam pemeriksaan bilangan asam adalah dengan titrasi Alkalimetri.

b. Pemeriksaan Bilangan Peroksida

Metode yang digunakan dalam pemeriksaan bilangan peroksida adalah dengan titrasi Iodometri.

3. Alat dan Bahan

a. Alat

Buret 25 dan 50 mL, beaker glass 100; 250; 500 mL, labu Erlenmeyer 250 ml bertutup asah, pipet volume 1; 2; 10; 25 dan 50 mL, vacuum pump, pipet ukur 1; 2; 5 dan 25 mL, saringan 60 mesh, kertas saring, neraca analitik, wadah sampel, statif dan klem buret, batang pengaduk, hot plate, aluminium foil, corong gelas berdiameter 3 dan 4, oven, blender atau mortar.

b. Bahan

Serbuk kulit buah naga, minyak jelantah, larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1 N, larutan kalium iodidat (KIO_3) 0,1 N, kalium iodide (KI) 10%, larutan amilum 1%, aquadest, HCl 4 N, larutan indikator PP 1%, KOH 0,1 N, etanol 95%, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N, pelarut organik asam asetat glacial : kloroform (3 : 2).

4. Prosedur Kerja

1. Pembuatan serbuk kulit buah naga

Kulit buah naga yang dipakai merupakan kulit buah naga merah. Kulit buah naga yang disiapkan sebanyak ± 5 kg, selanjutnya dijadikan serbuk dengan cara sebagai berikut:

- a. Cuci bersih kulit buah naga.
- b. Lalu diiris tipis dan dilakukan pengeringan dengan oven suhu 40°C selama ± 2 hari atau sampai kering (Widarta & Wiyadnyani, 2019).
- c. Selanjutnya kulit buah naga yang telah mengering kemudian haluskan dengan blender.
- d. Setelah dihaluskan kulit buah naga kemudian diayak dengan saringan 60 mesh (Widarta & Wiyadnyani, 2019).

2. Cara Mendapatkan Sampel

- a. Disiapkan minyak goreng yang biasanya digunakan pedagang pecel lele sebanyak 4 L, kemudian diberikan kepada pedagang pecel lele untuk dilakukan pemanasan.
- b. Minyak jelantah yang sudah didapat kemudian ditentukan bilangan asam dan bilangan peroksidanya.
- c. Minyak jelantah yang sudah ditetapkan bilangan asam dan bilangan peroksidanya kemudian dilakukan percobaan penambahan serbuk kulit buah naga sebagai antioksidan.

3. Perlakuan Sampel

- a. Siapkan 6 Erlenmeyer kemudian beri label pada masing-masing erlenmeyer.
- b. Masukkan 100 ml minyak jelantah ke dalam masing-masing Erlenmeyer.
- c. Tambahkan serbuk buah naga dengan variasi konsentrasi 0%*b/v*, 4%*b/v*, 8%*b/v*, 12%*b/v*, 16%*b/v*, dan 20%*b/v* ke dalam Erlenmeyer yang telah terisi dengan minyak jelantah.
- d. Kemudian Erlenmeyer yang berisi minyak jelantah dan serbuk kulit buah naga dihomogenkan menggunakan batang pengaduk lalu ditutup menggunakan alumunium foil.

- e. Diamkan selama 1 hari di tempat gelap. Setelah 1 hari kemudian minyak dilakukan penyaringan dengan kertas saring dan lakukan pemeriksaan bilangan peroksida dan bilangan asamnya.
 - f. Lakukan pengulangan sebanyak 4 kali pada sampel minyak jelantah, mulai dari pertama kali sampel diperlakukan sampai dengan penentuan bilangan peroksida dan bilangan asamnya.
4. Pemeriksaan Bilangan Peroksida (BSN, 2013)

Prinsip: Penambahan kalium iodida ke dalam sampel akan bereaksi dengan peroksida dalam minyak. Jumlah iod yang dibebaskan dilakukan titrasi menggunakan larutan natrium thiosulfat dengan amilum sebagai indikator, yang ditandai dengan warna biru tepat hilang.

a. Standarisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dengan larutan KIO_3 0,1 N

- 1) Pipet 10 ml larutan standar KIO_3 0,1 N lalu dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml.
- 2) Kemudian tambah 10 ml KI 10% dan ditambah 2,5 ml HCl 4 N.
- 3) Titrasi menggunakan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai berwarna kuning jerami.
- 4) Kemudian tambah indikator amilum 1% 2-3 ml selanjutnya titrasi kembali hingga warna biru tepat hilang.

Hitung normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:

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

Keterangan:

$V1$ = Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang telah terpakai titrasi (ml)

$N1$ = Normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (grek/L)

$V2$ = Volume KIO_3 (ml)

$N2$ = Normalitas KIO_3 (grek/L)

b. Penetapan Bilangan Peroksida

- 1) Timbang 5 gram minyak yang sudah diberi perlakuan dengan serbuk kulit buah naga, sebanyak 5 erlenmeyer dan 1 erlenmeyer minyak tanpa perlakuan, dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml.
- 2) Tambahkan 50 ml larutan asam asetat-kloroform perbandingan (3:2), tutup erlenmeyer lalu dihomogenkan.

- 3) Selanjutnya tambah 0,5 ml larutan KI jenuh, lalu dikocok selama 1 menit.
- 4) Tambah 30 ml aquadest, segera tutup erlenmeyer kemudian dikocok.
- 5) Lakukan titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N hingga berwarna kuning jerami, kemudian ditambahkan indikator amilum 1% sebanyak 0,5 ml, kembali dititrasi sampai warna biru tepat hilang.

c. Penetapan Blanko

- 1) Pipet 50 ml larutan asam asetat-kloroform (3 : 2).
- 2) Kemudian tambahkan 0,5 ml larutan KI jenuh, lalu homogenkan dan didiamkan selama 10 menit.
- 3) Tambah 30 ml aquadest, segera tutup erlenmeyer.
- 4) Kemudian titrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N hingga warna kuning hampir hilang.
- 5) Selanjutnya tambah 0,5 ml indikator amilum 1% dan dititrasi kembali sampai warna biru tepat hilang.

Dilakukan perhitungan bilangan peroksida dengan rumus berikut:

$$\text{Bilangan Peroksida (mek O}_2\text{/kg)} = \frac{1000 \left(\frac{\text{gr}}{\text{kg}}\right) \times N \left(\frac{\text{mek}}{\text{ml}}\right) \times (V^0 - V^1) \text{ ml}}{W \text{ sampel (gr)}}$$

Keterangan:

V_0 : Volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang dipakai saat penetapan sampel (ml)

V_1 : Volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang dipakai saat penetapan blanko (ml)

N : Normalitas larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mek/ml)

W : Berat sampel yang dilakukan pengujian (gr)

5. Pemeriksaan Bilangan Asam (BSN, 2013)

Prinsip: Minyak dilarutkan dalam pelarut organik kemudian dinetralkan menggunakan larutan basa (kalium hidroksida atau sodium hidroksida).

a. Standarisasi KOH 0,1 N dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N

- 1) Pipet 10 ml $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,1 N dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml.
- 2) Tambah 2-3 tetes indikator fenolftalein (PP).
- 3) Kemudian dititrasi menggunakan larutan KOH 0,1 N sampai warna merah muda.

Hitung normalitas KOH dengan rumus berikut:

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

Keterangan:

V1 : Volume KOH 0,1 N yang terpakai saat titrasi (ml)

N1 : Normalitas KOH (grek/L)

V2 : Volume H₂C₂O₄ 0,1 N (ml)

N2 : Normalitas H₂C₂O₄ 0,1 N (grek/L)

b. Penetapan Bilangan Asam

- 1) Timbang 28 gr minyak jelantah yang sudah diberikan perlakuan dengan serbuk kulit buah naga, sebanyak 5 erlenmeyer dan 1 erlenmeyer tanpa perlakuan, dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml.
- 2) Selanjutnya ditambah 50 ml etanol 95% hangat.
- 3) Kemudian tambah 5 tetes indikator fenolftalein (PP).
- 4) Lalu titrasi menggunakan larutan KOH 0,1 N hingga warna merah muda.
- 5) Catat volume KOH 0,1 N yang terpakai.

c. Penetapan Blanko

- 1) Pipet 50 ml etanol 95% hangat.
- 2) Lalu tambahkan 5 tetes indikator fenolftalein (PP).
- 3) Selanjutnya titrasi dengan larutan KOH 0,1 N hingga warna merah muda.
- 4) Catat volume KOH 0,1 N yang terpakai.

Perhitungan:

$$\text{Bilangan Asam (mgKOH/gr)} = \frac{56,1 \left(\frac{\text{gr}}{\text{grek}} \right) \times V \text{ (ml)} \times N \left(\frac{\text{mgrek}}{\text{ml}} \right)}{W \text{ (gr)}}$$

Keterangan:

V : Volume larutan KOH telah distandarisasi yang dipakai titrasi (ml)

N : Normalitas KOH (mgrek/ml)

W : Berat sampel yang diuji (gr)

56,1 : Berat Molekul KOH (gr/grek)

F. Pengolahan dan Analisa Data

1. Pengolahan Data

Pengolahan data yang digunakan adalah hasil yang didapat dari pemeriksaan bilangan asam dan bilangan peroksida pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) dengan konsentrasi 0%b/v, 4%b/v, 8%b/v, 12%b/v, 16%b/v, dan 20%b/v

2. Analisa Data

Data dari masing-masing serbuk kulit buah naga dianalisis menggunakan Uji Regresi Linear dan Uji Anova dengan taraf kesalahan 5%.

G. Ethical Clearence (Persetujuan Etik)

Penelitian ini dilakukan dengan izin dan persetujuan komisi etik penelitian kesehatan, penelitian ini tidak akan berbahaya bagi lingkungan, penanganan limbah dari penelitian ini akan dilakukan sesuai dengan SOP.