

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Jenis dan Desain Penelitian**

Jenis dari penelitian adalah eksperimental dengan desain penelitian ialah quasi eksperimen. Variabel terikat dari penelitian adalah bilangan asam dan bilangan peroksida, sedangkan variabel bebasnya adalah serbuk kulit jeruk lemon. Penelitian dilakukan secara titrimetri yaitu menggunakan metode alkalinmetri dan iodimetri.

#### **B. Lokasi dan Waktu Penelitian**

##### **1. Lokasi**

Lokasi penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Tanjungkarang

##### **2. Waktu**

Waktu penelitian dilakukan pada bulan April-Mei 2025

#### **C. Subyek Penelitian**

Dalam penelitian ini menggunakan sampel minyak jelantah yang didapatkan dari penjual gorengan yang sudah dilakukan penggorengan lebih dari 4 kali dan kulit buah lemon yang sudah dijadikan serbuk, jumlah perlakuan dan banyaknya pengulangan didapatkan dari hasil perhitungan rumus Federer dibawah ini:

Perhitungan:

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

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

$$(n - 1)(5) \geq 15$$

$$5n - 5 \geq 15$$

$$5n \geq 15 + 5$$

$$n \geq 20 : 5 \quad n \geq 4 \quad (\text{Jadi pengulangan dilakukan sebanyak } 4 \text{ kali})$$

Keterangan :

n = Banyaknya pengulangan

t = Banyaknya perlakuan

## D. Variabel dan Definisi Operasional

Table 3.1 Variabel dan Definisi Operasional

No	Variabel	Definisi	Cara Ukur	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala												
1.	<b>Independen</b>	Serbuk kulit jeruk lemon yang dijadikan serbuk dan ditambahkan dalam minyak jelantah dengan variasi konsentrasi 5%, 10%, 15%, 20%, 25% dan 30%	Ditimbang	Neraca Analitik Elektrik	% b/v	Rasio												
2.	<b>Dependen</b>	<table border="0"> <tr> <td>Bilangan peroksida</td> <td>Bilangan peroksida pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit jeruk lemon</td> <td>Iodometri</td> <td>Buret</td> <td>meq O<sub>2</sub>/kg</td> <td>Rasio</td> </tr> <tr> <td>Bilangan asam</td> <td>Bilangan asam pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit jeruk lemon</td> <td>alkalimetri</td> <td>Buret</td> <td>mg KOH/gram</td> <td>Rasio</td> </tr> </table>	Bilangan peroksida	Bilangan peroksida pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit jeruk lemon	Iodometri	Buret	meq O <sub>2</sub> /kg	Rasio	Bilangan asam	Bilangan asam pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit jeruk lemon	alkalimetri	Buret	mg KOH/gram	Rasio				
Bilangan peroksida	Bilangan peroksida pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit jeruk lemon	Iodometri	Buret	meq O <sub>2</sub> /kg	Rasio													
Bilangan asam	Bilangan asam pada minyak jelantah sebelum dan setelah ditambahkan serbuk kulit jeruk lemon	alkalimetri	Buret	mg KOH/gram	Rasio													

## E. Teknik Pengumpulan Data

### 1. Metode Penelitian

#### a. Bilangan Asam

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

#### b. Bilangan Peroksida

Metode yang digunakan dalam pemeriksaan bilangan peroksida yaitu dengan titrasi Iodometri

### 2. Prinsip Pemeriksaan

#### a. Bilangan Asam

Sampel dilarutkan dengan pelarut organic, kemudian dinetralkan menggunakan larutan basa, seperti natrium hidroksida atau kalium hidroksida.

#### b. Bilangan Peroksida

Kalium iodida ditambahkan secara berlebihan ke dalam sampel akan bereaksi dengan peroksida terdapat dalam minyak atau lemak. Jumlah yodium yang

dihasilkan. kemudian dititrasasi menggunakan larutan tiosulfat standar dengan bantuan indikator kanji

### 3. Alat

Labu Erlenmeyer 250 mL bertutup asah, buret 50 mL, pipet volume 1; 2; 10; 25 mL, karet penghisap, pipet ukur 1; 2; 5 dan 25 mL, shaker, beaker glass 100; 250; 500 mL, statif dan klem, hot plate, saringan 60 mesh,kertas saring, alumunium foil, neraca analitik, wadah sampel, corong gelas berdiameter 5, oven, blender atau choper.

### 4. Bahan

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

## 5. Prosedur Kerja

### a. Determinasi Kulit Jeruk Lemon

1. Jeruk lemon yang digunakan yang berusia 14–16 minggu setelah pembentukan buah dengan warna kulit kuning cerah, tekstur padat, belum lembek
2. Mengupas kulit lemon yang sudah dibeli pisahkan antara kulit dan buahnya
3. Kulit lemon yang didapat kemudian dibawa ke Laboratori Botani Fakultas MIPA UNILA untuk dilakukan uji determinasi. Uji determinasi dilakukan untuk mengidentifikasi visual , analisis organoleptik dari kulit lemon yang akan digunakan.

### b. Pembuatan serbuk kulit jeruk lemon

Kulit jeruk lemon yang dipakai ialah kulit jeruk lemon yang berwarna kuning. Kulit jeruk lemon yang disiapkan sebanyak  $\pm 4\text{kg}$ , kulit jeruk lemon yang sudah didapat dan dilakukan uji determinasi kemudian dijadikan serbuk dengan cara sebagai berikut:

- 1) Mencuci bersih kulit jeruk lemon (*Citrus x limon L*)
- 2) Mengiris tipis lalu mengeringkan didalam oven suhu 54°C dengan waktu  $\pm 12$  jam atau sampai benar-benar kering

- 3) Kulit jeruk lemon (*Citrus x limon L*) yang sudah kering dihaluskan dengan blender
  - 4) Kulit jeruk lemon (*Citrus x limon L*) yang sudah dihaluskan diayak dengan saringan 60 mesh
- c. Cara Mendapatkan Sampel
- 1) Menyiapkan minyak goreng bermerek sebanyak 4 L, kemudian diberikan kepada pedagang gorengan untuk digunakan menggoreng gorengan seperti biasanya selama 2 hari
  - 2) Minyak jelantah yang sudah didapat akan ditentukan bilangan asam dan bilangan peroksidanya. Pengulangan percobaan sebanyak 4 kali.
  - 3) Minyak jelantah yang sudah ditetapkan bilangan asam dan bilangan peroksidanya kemudian dilakukan percobaan penambahan serbuk kulit jeruk lemon sebagai antioksidan.
- d. Perlakuan Sampel
- 1) Menyiapkan 28 Erlenmeyer kemudian memberi label pada Erlenmeyer sesuai konsentrasi dan dilakukan 4 kali pengulangan.
  - 2) Memasukkan 100 mL minyak jelantah ke dalam Erlenmeyer.
  - 3) Menambahkan serbuk kulit jeruk lemon dengan konsentrasi  $5\% \frac{b}{v}$ ,  $10\% \frac{b}{v}$ ,  $15\% \frac{b}{v}$ ,  $20\% \frac{b}{v}$ ,  $25\% \frac{b}{v}$ , dan  $30\% \frac{b}{v}$  ke dalam Erlenmeyer yang sudah terisi dengan minyak jelantah.
  - 4) Erlenmeyer yang berisi minyak jelantah dan serbuk kulit jeruk lemon dihomogenkan menggunakan shaker lalu ditutup menggunakan alumunium foil.
  - 5) Didiamkan selama 24 jam, setelah 24 jam saring minyak dengan kertas saring dan lakukan pemeriksaan bilangan peroksidas serta bilangan asamnya.
- e. Pemeriksaan Bilangan Asam (BSN, 2013)
- 1) Standarisasi KOH 0,1 N menggunakan  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0,1 N
    - a) Memipet 10 mL  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0,1 N dan memasukkan kedalam Erlenmeyer 250 mL.
    - b) Menambahkan 2-3 tetes indikator fenolftalein (PP).

- c) Menitrasi menggunakan larutan KOH 0,1 N hingga terbentuk warna merah muda.

Rumus perhitung normalitas KOH :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

Keterangan:

$V_1$  : Volume KOH 0,1 N terpakai saat titrasi (mL)

$N_1$  : Normalitas KOH (grek/L)

$V_2$  : Volume  $H_2C_2O_4$  0,1 N (mL)

$N_2$  : Normalitas  $H_2C_2O_4$  0,1 N (grek/L)

## 2) Penetapan Blanko

- a) Memipet 50 mL etanol 95% hangat suhu 33-40°C.
- b) Menambahkan 5 tetes indikator fenolftalein (PP).
- c) Menitrasi dengan larutan KOH 0,1 N hingga warna merah muda.
- d) Mencatat volume KOH 0,1 N yang terpakai.

## 3) Penetapan Bilangan Asam

- a) Menimbang 28 gr minyak jelantah yang sudah diberikan perlakuan dengan serbuk kulit jeruk lemon sebanyak 24 Erlenmeyer dan 4 Erlenmeyer tanpa perlakuan, kemudian dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250 mL.
- b) Menambahkan 50 mL etanol 95% hangat suhu 33-40°C.
- c) Menambahkan 5 tetes indikator fenolftalein (PP).
- d) Menitrasi menggunakan larutan KOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda.
- e) Mencatat volume KOH 0,1 N

Perhitungan :

Bilangan asam (mgKOH/gr) =  $56,1 \times V \text{ (mL)} \times N \text{ (grek/L)}$

W (gram)

Keterangan:

$V$  : volume larutan KOH telah distandarisasi yang digunakan titrasi

$N$  : normalitas KOH (grek/L)

W : berat sampel dinyatakan dalam gram (g)

f. Pemeriksaan Bilangan Peroksida (BSN, 2013)

1) Standarisasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N dengan  $\text{KIO}_3$  0,1 N

- Dipipet 10 mL larutan standart  $\text{KIO}_3$  0,1 N kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL
- Ditambahkan 10 mL KI 10% dan ditambahkan 2,5 mL HCl 4 N
- Menitrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N hingga berwarna kuning muda
- Menambahkan indikator amylum 1% sebanyak 2-3 mL lalu dititrasi lagi sampai warna biru tepat hilang.

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

$$V_1 \text{ (mL)} \times N_1 \text{ (grek/L)} = V_2 \text{ (mL)} \times N_2 \text{ (grek/L)}$$

Keterangan:

$V_1$  : volume  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang terpakai saat titrasi (mL)

$N_1$ : normalitas  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (grek/L)

$V_2$  : volume  $\text{KIO}_3$  (mL)

$N_2$  : normalitas  $\text{KIO}_3$  grek/L)

2) Penetapan Blanko

- Memipet 50 mL larutan asam asetat-kloroform (3 : 2).
- Menambahkan 0,5 mL larutan KI jenuh, lalu homogenkan dan didiamkan selama 10 menit.
- Menambahkan 30 mL aquadest, segera tutup Erlenmeyer.
- Menitrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N hingga berwarna kuning hampir hilang.
- Menambahkan 0,5 mL indikator amilum 1% dan dititrasi kembali hingga warna biru tepat hilang

3) Penetapan Bilangan Peroksida

- Menimbang 5 gram minyak yang sudah diberi perlakuan dengan serbuk kulit jeruk lemon sebanyak 24 Erlenmeyer dan 4 Erlenmeyer minyak tanpa perlakuan, kemudian dimasukkan kedalam Erlenmeyer 250 mL.
- Menambahkan 50 mL larutan asam asetat-kloroform perbandingan (3:2), tutup Erlenmeyer lalu dihomogenkan.
- Menambahkan 0,5 mL larutan KI jenuh, lalu dikocok selama 1 menit.

- d) Menambahkan 30 mL aquadest, segera tutup Erlenmeyer kemudian dikocok.
- e) Melakukan 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.

Rumus perhitungan :

$$\text{Bilangan Peroksida} = \frac{V_0 - V_1 (\text{mL}) \times N (\text{grek/L}) \times 1.000}{W \text{ sampel (gram)}}$$

Keterangan:

$V_0$  : volume larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N yang digunakan dalam penetapan sampel (mL)

$V_1$  : volume larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N yang digunakan dalam penetapan blanko (mL)

N : normalitas larutan standar  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (grek/L)

W : berat sampel (g)

## F. Pengolahan Data

Pengolahan data penelitian diperoleh dari hasil analisis bilangan asam dan bilangan peroksida pada minyak goreng yang telah mengalami pemanasan berulang, baik sebelum maupun setelah penambahan serbuk kulit jeruk lemon dengan variasi konsentrasi  $5\% \frac{b}{v}$ ,  $10\% \frac{b}{v}$ ,  $15\% \frac{b}{v}$ ,  $20\% \frac{b}{v}$ ,  $25\% \frac{b}{v}$ , dan  $30\% \frac{b}{v}$ .

## G. Analisa Data

Analisis data peneliti menggunakan uji statistik regresi linear untuk melihat apakah ada hubungan linier antara penambahan serbuk kulit lemon dengan penurunan bilangan asam dan bilangan peroksida pada minyak. dan ANOVA untuk melihat apakah penambahan serbuk kulit lemon dalam konsentrasi yang berbeda menghasilkan efek yang signifikan dalam penurunan bilangan asam dan bilangan peroksida. Uji ANOVA membandingkan rata-rata hasil dari berbagai tingkat penambahan serbuk lemon sehingga dapat menentukan apakah variasi antar kelompok signifikan atau hanya terjadi karena kebetulan.

## **H. Ethical Clearance**

Penelitian ini telah memperoleh persetujuan dari Komisi Etik Penelitian Kesehatan dengan nomor etik No. 116/KEPK-TJK/IV/2025. Seluruh prosedur penelitian dirancang agar tidak menimbulkan dampak negatif terhadap lingkungan, dan pengelolaan limbah yang dihasilkan akan dilakukan sesuai dengan Standar Operasional Prosedur (SOP) yang berlaku