

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis dan Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat eksperimental. Pada penelitian ini dilakukan jenis pemeriksaan bilangan asam, bilangan penyabunan, kadar air, jumlah asam lemak, alkali bebas, asam lemak bebas dan minyak mineral pada minyak goreng dengan penambahan KOH. Untuk mengetahui berapa konsentrasi KOH paling optimal dalam proses pemurnian minyak jelantah pemeriksaan bilangan asam dan bilangan penyabunan serta pemeriksaan sabun lunak berdasarkan kadar air, jumlah asam lemak, alkali bebas, asam lemak bebas dan minyak mineral.

B. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Februari-April 2021. Penelitian telah dilakukan di Laboratorium Kimia Analisa Makanan dan Minuman Jurusan Analisis Kesehatan Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.

C. Subjek Penelitian

Populasi dan sampel

Populasi dan sampel pada penelitian ini adalah minyak jelantah yang telah dipakai sebanyak lima kali oleh pedagang untuk menggoreng ikan lele Kelurahan Sukabumi Indah Bandar Lampung. Dilakukan perhitungan secara federer untuk menentukan jumlah pengulangan :

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

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

$$4n-4 \geq 15$$

$$4n \geq 15+4$$

$$4n \geq 19$$

$$n \geq 19 : 4$$

$$n \geq 5$$

Keterangan :

n : Jumlah pengulangan

t : Jumlah perlakuan

D. Definisi Operasional

No	Variabel Penelitian	Definisi	Cara Ukur	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala
1	Variabel bebas : Perlakuan variasi konsentrasi KOH	Minyak goreng jelantah yang ditambah KOH dengan konsentrasi 10, 20, 30, 40 dan 50%	Ditimbang	Neraca Analitik Elektrik	Gram	Rasio
2	Variabel terikat : Bilangan asam	Jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan 1 gram sampel minyak goreng	Titrasi (Alkalimetri)	Buret	mg KOH/g	Rasio
3	Variabel terikat : Bilangan penyabunan	Jumlah miligram KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gram minyak	Titrasi (Alkalimetri)	Buret	mg KOH/g	Rasio

E. Pengumpulan Data

1. Prosedur Pemeriksaan

a. Alat-alat

Neraca analitik elektrik, Erlenmeyer 250 mL, buret 25 dan 50 mL, gelas ukur 100 mL, 250 mL, dan 500 mL, pipet ukur 1 mL, 5mL dan 25 mL, pipet volume 1;2;5;10;25, dan 50 mL, labu ukur 50 mL, tabung reaksi, aluminium foil, corong gelas diameter 3 cm dan 4 cm, batang pengaduk, beaker glass, cawan timbang, batang pengaduk, termometer, erlenmeyer 250 mL, kertas saring, botol timbang tutup asah, oven, statif dan buret, stirrer hotplate, penangas air, botol timbang, magnetic stirrer, pH universal, pipet tetes, corong pisah dan wadah sampel

b. Bahan

Minyak goreng jelantah, akuades, larutan etanol 95%, indikator fenolftalein (pp), indikator bromotimol biru, larutan KOH 0,1 N, H₂SO₄, jingga metil, HCl 0,5 N, alkohol netral 95%, H₂SO₄ 20%, Jingga Metil 0,05%, Miko Parafin/Wax, Dietil eter, Larutan Baku KOH 0,1 N, Larutan baku KOH Etanolik,

KOH 0,1 N dalam alkohol, HCl 0,1 N dalam alkohol, larutan stok 100 mL KOH 0,5 N alkoholis, Larutan baku HCl 0,5 N, HCl 0,5 N alkoholis, pewangi non alkohol, dan pewarna makanan hijau.

- 1) Pembuatan larutan stok KOH konsentrasi 10-50% sebanyak 50 ml
 - a) Menimbang 25 gram KOH untuk konsentrasi 50%, menimbang 20 gram KOH untuk konsentrasi 40%, menimbang 15 gram KOH untuk konsentrasi 30%, menimbang 10 gram KOH untuk konsentrasi 20%, menimbang 5 gram KOH untuk konsentrasi 10%, larutkan dengan akuades.
 - b) Memasukkan hasil penimbangan kedalam masing-masing labu ukur 50 mL
 - c) Menambahkan akuades sampai batas terra
- 2) Pemurnian minyak jelantah (Djayasinga dkk., 2020)
 - a) Mengukur minyak jelantah sebanyak 100 mL
 - b) Memanaskan minyak jelantah yang telah diukur sampai suhu 60°C pada alat stirrer hotplate
 - c) Memasukkan variasi konsentrasi KOH yang telah larut kedalam minyak yang telah panas, putar dengan magnetic stirrer 350 rpm 10 menit
 - d) Setelah 10 menit, peneliti menyaring minyak dan mengambil filtrat. Melakukan pemeriksaan bilangan asam dan bilangan penyabunan.
- 3) Pembuatan sabun (Djayasinga dkk., 2020)
 - a) Memanaskan filtrat sampai suhu 60°C
 - b) Memasukkan KOH konsentrasi 50% kedalam filtrat minyak yang telah panas
 - c) Melakukan pemutaran dengan magnetic stirrer 350 rpm selama 1 jam hingga mengental
- 4) Pembakuan larutan KOH

Prinsip : terjadinya reaksi netralisasi antara asam dengan basa atau sebaliknya, dimana ion H⁺ dari asam akan bereaksi dengan ion OH dari basanya membentuk molekul netral.

Standarisasi larutan standar sekunder KOH menggunakan larutan standar primer H₂C₂O₄

- a) Disiapkan alat dan bahan
- b) Dipipet 10,0 mL larutan primer $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, dimasukkan ke dalam erlenmeyer
- c) Ditambahkan 2-3 tetes indikator pp 1%
- d) Dititrasi dengan KOH hingga TAT berwarna merah muda
- e) Hitung normalitas dari larutan KOH dengan perhitungan

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

Keterangan :

V_1 = Volume $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

N_1 = Konsentrasi $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

V_2 = Volume KOH

N_2 = Konsentrasi KOH

5) Penetapan bilangan asam (Badan Standardisasi Nasional, 2013)

Metode : Alkalimetri

Prinsip : Perlakuan sampel dalam pelarut organik dan dinetralkan dengan larutan basa (Kalium Hidroksida)



Penetapan sampel :

- a) Menimbang 10 g sampel (W) ke dalam erlenmeyer tutup asah 250 mL
- b) Melarutkan dengan 50 mL alkohol netral 96% dan tambahkan 2 tetes larutan fenolftalein (pp) sebagai indikator
- c) Melakukan titrasi larutan tersebut dengan kalium hidroksida (KOH) 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda yang bertahan selama 30 detik
- d) Mencatat volume larutan KOH yang diperlukan (V)
- e) Setelah itu, melakukan perhitungan

Perhitungan :

$$\text{Bilangan asam (mgKOH/g)} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times 56,1}{W \text{ sampel}} \quad (\text{Persamaan (1)})$$

Keterangan :

56,1 : bobot molekul larutan KOH

ml KOH : jumlah ml KOH untuk titrasi

N KOH : normalitas larutan KOH

W sampel : bobot sampel (g)

1) Pembakuan larutan HCL

Standarisasi larutan HCL menggunakan KOH 0,5 N

- a) Disiapkan alat dan bahan
- b) Dipipet 10,0 mL larutan primer KOH, dimasukkan ke dalam erlenmeyer
- c) Ditambahkan 2-3 tetes indikator pp 1%
- d) Dititrasi dengan HCL 0,5 N hingga TAT berwarna merah muda
- e) Hitung normalitas dari larutan HCL 0,5 N

dengan perhitungan :

$$V1 \cdot N1 = V2 \cdot N2$$

Keterangan :

V1 = Volume KOH

N1 = Konsentrasi KOH

V2 = Volume HCL

N2 = Konsentrasi HCL

2) Penetapan bilangan penyabunan (Badan Standardisasi Nasional, 2013)

Metode : Alkalimetri

Prinsip : Sampel minyak direaksikan dengan basa alkali yang telah diketahui konsentrasinya menghasilkan gliserol atau sabun



Cara Kerja :

- a) Menimbang 5 gram larutan sampel ke erlenmeyer
- b) Menambahkan 25 mL KOH 0,5 N beralkohol secara perlahan
- c) Hubungkan erlenmeyer berisi sampel dan KOH beralkohol dengan pendingin tegak
- d) Panaskan dengan hotplate sampai sampel tersabunkan sempurna 1-2 jam
- e) Larutan didinginkan
- f) Tambahkan 1 mL indikator pp
- g) Mentitrasi dengan larutan HCL 0,5 N hingga titik akhir titasi tidak berwarna
- h) Mengulangi untuk blanko
- i) Mencatat volume HCL 0,5 N yang terpakai
- j) Menghitung dengan perhitungan :

$$\text{Bilangan penyabunan mg KOH/g} = \frac{(V.HCl\text{blanko} - V.HCl\text{sampel}) \times N.HCl \times 56,1}{W}$$

(Persamaan (2))

Keterangan :

Vs : Volume larutan HCl yang diperlukan, dinyatakan dalam mL

Vb : Volume larutan blanko yang diperlukan, dinyatakan dalam mL

N : Normalitas larutan HCl dinyatakan dalam Normalitas (N)

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

3) Kadar air (BSN, 1994)

Prinsip : Pengukuran kekurangan berat setelah pengeringan pada suhu 105°C

Cara kerja :

- a) Menimbang dengan teliti lebih kurang 1-2 gram sampel sabun yang telah disiapkan,
dengan menggunakan botol timbang yang telah diketahui berat tetapnya
- b) Keringkan pada oven pada suhu 105°C selama 3 jam sampai beratnya tetap dengan ditimbang berulang kali
- c) Dinginkan pada desikator
- d) Lakukan penimbangan ulang hingga didapatkan bobot tetap

Perhitungan :

$$\text{Kadar Air} = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100\% \quad (\text{Persamaan (3)})$$

Keterangan:

W₁: Berat contoh + botol timbang, gram

W₂: Berat contoh setelah pengeringan

W : Berat contoh, gram

4) Asam lemak bebas / alkali bebas (BSN, 1994)

Prinsip : asam lemak bebas adalah asam lemak yang berada dalam contoh sabun, tapi tak terikat sebagai senyawa natrium ataupun trigliserida (lemak netral). Adanya asam lemak bebas diperiksa, bila pada pemeriksaan alkali bebas ternyata setelah pendidihan dalam alkohol netral tidak terjadi warna merah dari penunjuk phenolphtalein.

Cara kerja :

- a) Menyiapkan alkohol netral dengan mendidihkan 100 ml alkohol dalam labu Erlenmeyer 250 ml, lalu menambahkan 0,5 ml penunjuk phenolphtalein dan dinginkan sampai suhu 70° C kemudian netralkan dengan KOH 0,1 N dalam

alkohol.

- b) Menimbang dengan teliti lebih kurang 5 gram sampel sabun kemudian memasukkan sampel ke dalam alkohol netral, tambahkan batu didih, pasang pendingin tegak dan panasi agar cepat larut di atas penangas air, didihkan selama 30 menit. Apabila larutan tidak bersifat alkalis (tidak berwarna merah), dinginkan sampai suhu 70° C dan mentitrasi dengan larutan KOH 0,1 N beralkohol, sampai timbul warna merah selama 15 detik.

Melakukan Perhitungan :

$$\text{Kadar asam lemak bebas} = \frac{V \times N \times 0,205}{W} \times 100\% \text{ (Persamaan (4))}$$

Keterangan :

V : KOH 0,1 N yang dipergunakan, ml

N : normalitas KOH yang dipergunakan

W : Berat contoh, gram

0,205 : berat setara asam laurat

- c) Apabila larutan tersebut di atas ternyata bersifat basa (penunjuk phenolphtalein

berwarna merah) maka yang diperiksa bukan asam lemak bebas tetapi alkali bebas dengan menitarnya menggunakan HCl 0,1 N dalam alkohol dari mikro buret, sampai warna merah tepat hilang.

Perhitungan :

$$\text{Kadar alkali bebas} = \frac{V \times N \times 0,0561}{g \text{ contoh}} \times 100\% \text{ (Persamaan (5))}$$

Keterangan :

V = mL HCl yang dipergunakan

N = normalitas HCl yang dipergunakan

561 = berat setara KOH

- d) Larutan bekas pemeriksaan asam lemak bebas/alkali bebas dapat dipergunakan untuk pemeriksaan lemak yang tidak tersabunkan/lemak netral/trigliserida netral

- 5) Jumlah asam lemak (BSN, 1994)

Prinsip : Jumlah asam lemak adalah keseluruhan asam lemak baik asam lemak yang terikat dengan natrium maupun asam lemak bebas ditambah lemak netral (trigliserida)

Cara kerja :

Cara wax cake

- a) Menimbang dengan teliti 10 gram sampel sabun yang telah disiapkan dalam gelas piala 250 ml.
- b) Menambahkan air 100 ml, panaskan pada penangas Air
- c) Meneteskan penunjuk jingga metil, kemudian tambahkan H_2SO_4 20% secukupnya sampai warna merah.
- d) Mengaduk dengan batang gelas agar homogen, tutup dengan kaca arloji, kemudian panaskan terus sampai terbentuk dua lapisan jernih
- e) Memasukkan ke dalamnya, 10 g mikro parafin yang ditimbang dengan teliti.
- f) Memanaskan selama beberapa jam sampai seluruh campuran menjadi jernih kembali.
- g) Mendinginkan cepat di dalam bak air, sedang gelas pengaduk biarkan tetap di dalam gelas piala.
- h) Setelah campuran parafin dan asam lemak/lemak menjadi padat, mengeluarkan dari gelas piala dengan bantuan pengaduk tadi.
- i) Wax cake ditimbang di atas gelas arloji yang sudah diketahui beratnya.
- j) Perhitungan :

$$\text{Asam lemak jumlah} = \frac{\text{berat wax cake} - \text{berat parafin asal}}{\text{berat contoh}} \times 100\% \text{ (Persamaan 5)}$$

- k) Bila ternyata sabun mengandung banyak silikat dan titan dioksida atau mengandung banyak mineral, angka persentase di atas perlu dikoreksi. Bila banyak silikat dan titan dioksida perlu diperiksa kembali menggunakan cara ekstraksi dengan dietil eter/petroleum eter atau biasanya menurut pengalaman cukup ditambah dengan 0,35% (Asam lemak jumlah = angka % menurut perhitungan + 0,35%).

Cara ekstraksi dengan pelarut

- (1) Menimbang dengan teliti kurang lebih 10 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala, larutkan dalam 50 mL air.
- (2) Menambahkan beberapa tetes jingga metil.
- (3) Menambahkan H_2SO_4 20 % berlebihan hingga semua asam lemak terbebaskan dari natrium, yang ditunjukkan oleh timbulnya warna merah.

- (4) Memasukkan dalam corong pemisah Endapan silikat, jangan dimasukkan ke dalam corong pemisah.
- (5) Melakukan proses endap, lalu tuangkan dengan dietil eter (jenis 40° - 60°C dan larutan air dikeluarkan dan larutan dietil eter dituangkan ke dalam gelas piala)
- (6) Pengujian ini diulangi sampai pelarut berjumlah kurang lebih 100 mL
- (7) Pelarut dikocok dan dicuci dengan air sampai tidak bereaksi asam
- (8) Tiap-tiap pengocokkan dipakai 10 mL air
- (9) Pelarut kemudian dikeringkan dengan natrum sulfat kering, saring dan masukkan ke dalam labu ukur. Lemak yang telah ditimbang terlebih dahulu beserta batu didih (WI).
- (10) Pelarut disulingkan dan labu dikeringkan pada suhu 102° - 105° C sampai bobot tetap (W2) . Lakukan perhitungan

$$\frac{W_2 - W_1}{\text{bobot contoh}} \times 100\% \text{ (Persamaan (6))}$$

- 6) Minyak mineral (BSN, 1994)

Prinsip : Minyak mineral tidak mungkin dapat disabunkan seperti halnya asam lemak bebas dan lemak netral, sehingga meskipun sudah disabunkan dengan KOH berlebihan akan tetap sebagai minyak dan pada penambahan air akan terjadi emulsi antara air dan minyak yang ditandai adanya kekeruhan.

Cara kerja :

- a) Memasukkan kurang lebih 5 gram sampel sabun ke dalam gelas piala, tambah air dan panaskan agar larut.
- b) Menambahkan HCl 10 % berlebihan sehingga penunjuk jingga metil berwarna merah dan seluruh asam lemak dan lemak netral atau lemak yang tidak tersabunkan akan terpisah dibagian atas
- c) Masukkan ke dalam corong pemisah dan lapisan air dikeluarkan
- d) Memipet 0,3 mL lapisan lemak, tambah berlebihan 5 mL KOH 0,5 N dalam alkohol.
- e) Memanaskan sampai reaksi penyabunan sempurna menggunakan erlenmeyer yang sudah dilengkapi dengan pendingin tegak dan dididihkan selama dua menit diatas penangas air.
- f) Titer dengan akuades tetes demi tetes

- g) Jika terjadi kekeruhan berarti minyak mineral positif adanya. Jika larutan tetap jernih berarti adanya minyak mineral tidak terdapat, dan dinyatakan negatif (kurang dari 0,05 %)
- 7) Pemeriksaan spektrofotometri Inframerah (Kristianingrum, 2016)
 - a) Sampel cair harus bebas air
 - b) Mengoleskan sampel pada *NaCl Window*. Tekanlah kedua *NaCl Window*. Sehingga tidak ada gelembung udara diantara keduanya.
 - c) Untuk menganalisis secara kuantitatif masukkan sampel dalam *Demountable Cell*.
 - d) Sampel siap dianalisis.

F. Pengolahan dan Analisa Data

Pengolahan dan analisa yang digunakan dalam penelitian ini didapatkan dari hasil pemeriksaan serta karakterisasi FTIR. Dilakukan analisa hasil dari FTIR secara kuantitatif yang diperoleh berupa data bilangan gelombang (cm^{-1}) dan absorbansi dari gugus fungsi sabun lunak dari hasil karakterisasi FTIR. Data yang diperoleh akan dipresentasikan dalam bentuk grafik. Spektrum yang ditampilkan dalam grafik selanjutnya dianalisis dengan cara dicocokkan sesuai dengan literatur untuk menentukan gugus fungsi dari membran sabun lunak berbahan baku minyak jelantah. Selain itu, dilakukan pengolahan dan analisa data yang didapatkan dari proses pemurnian minyak jelantah dengan variasi konsentrasi KOH 10, 20, 30, 40 dan 50% terhadap bilangan asam, bilangan penyabunan. Lalu dilakukan pembuatan sabun lunak yang selanjutnya diperiksa kadar air, jumlah asam lemak, alkali bebas, asam lemak bebas dan minyak mineral. Analisa data yang digunakan diantara lain:

1. Analisis univariat

Bertujuan untuk mendeskripsikan karakteristik variasi konsentrasi KOH terhadap hasil perhitungan.

2. Uji *paired sample T-test*

Bertujuan untuk mengetahui perbedaan rata-rata dua kelompok konsentrasi 40% dan 50% baik pada bilangan asam juga bilangan penyabunan.

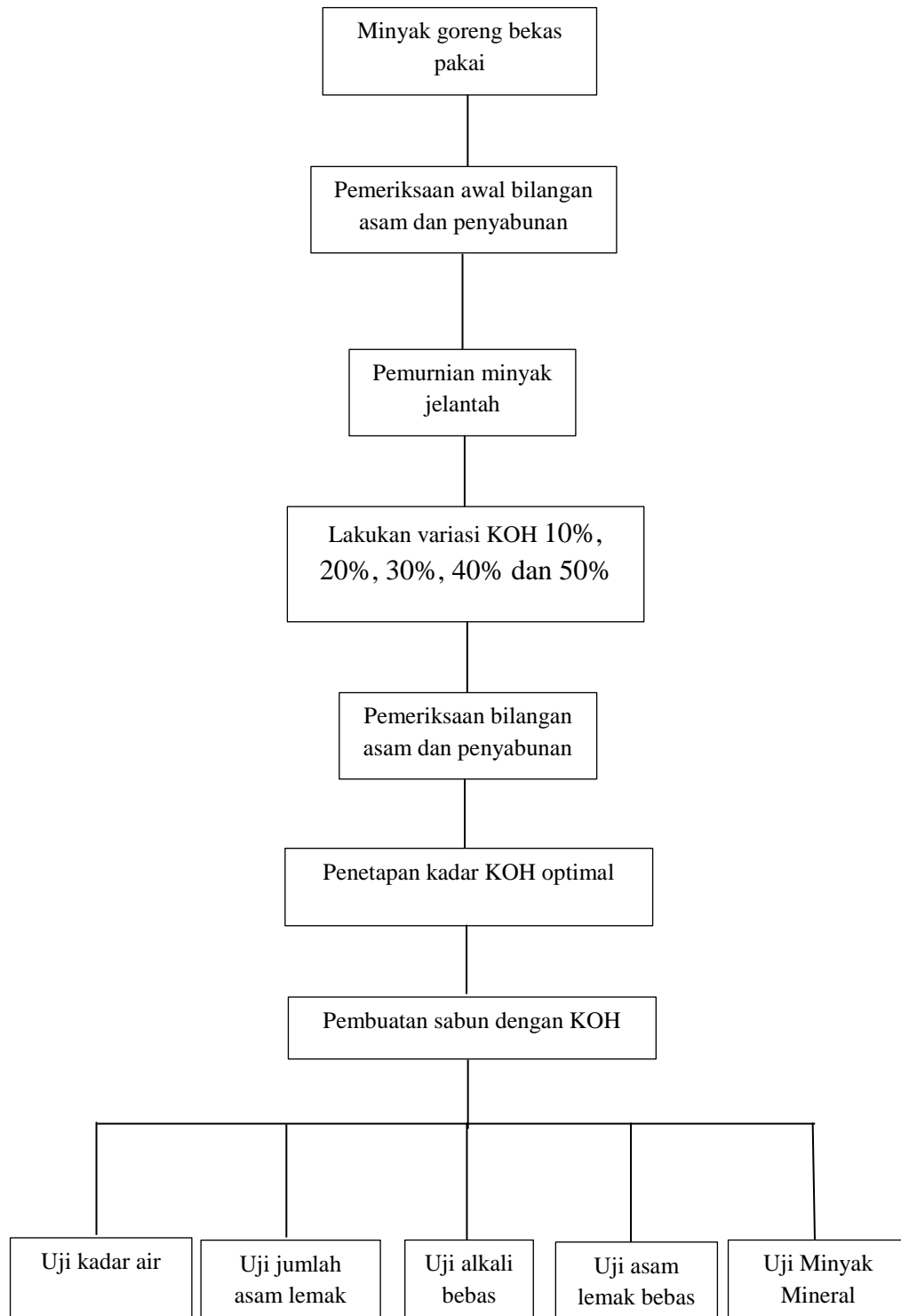
3. Analisis ANOVA

Analisis ANOVA digunakan untuk mengetahui perbedaan yang bermakna antara konsentrasi satu dengan lainnya.

G. Ethical Clearance

Penelitian ini akan dilakukan dengan izin dan persetujuan yang diberikan oleh Komisi Etik Penelitian Kesehatan Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.

Skema Kerja Pemeriksaan



Gambar 3.1 Skema Kerja Pemeriksaan.