

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Juni hingga Agustus 2023 yang berlangsung di Laboratorium Teknologi Pangan Fakultas Pertanian Peternakan, Universitas Muhammadiyah Malang.

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven, tanur, *beaker glass*, erlenmeyer, corong pisah, cawan porselen, pipet ukur, statif, biuret, *magnetik stirer* neraca analitik, *colour reader* dan ayakan ukuran 100 mesh.

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji kelor yang berasal dari daerah Surabaya dan minyak goreng bekas yang berasal dari beberapa pedagang gorengan di Tirta Utomo, Kota Malang. Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam klorida (HCl), NaOH, Iod (I_2 p.a), Natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ p.a), kalium iodide (KI p.a), amilum, etanol, larutan asam asetat klorofom, kertas saring, kertas pH, aluminium foil dan akuades.

3.3 Metode Penelitian

Rancangan penelitian yang digunakan adalah RAL (Rancangan Acak Lengkap) sederhana. Faktor penelitian yang ditetapkan adalah rasio arang aktif (g) dengan minyak goreng bekas (ml). Kelompok perlakuan dalam penelitian ini disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Kelompok Perlakuan

Kelompok	Perlakuan
P1	4 g arang aktif biji kelor : 200 ml minyak goreng bekas
P2	8 g arang aktif biji kelor : 200 ml minyak goreng bekas
P3	12 g arang aktif biji kelor : 200 ml minyak goreng bekas
P4	16 g arang aktif biji kelor: 200 ml minyak goreng bekas
P5	20 g arang aktif biji kelor : 200 ml minyak goreng bekas

Setiap kelompok perlakuan pada Tabel 2 terdiri dari 3 unit percobaan sehingga total unit percobaan dalam penelitian ini sebanyak 15. Parameter fisiko kimia

minyak yang dianalisis meliputi FFA (*Free Fatty Acid*), bilangan peroksida, bilangan asam, kadar air, dan intensitas warna.

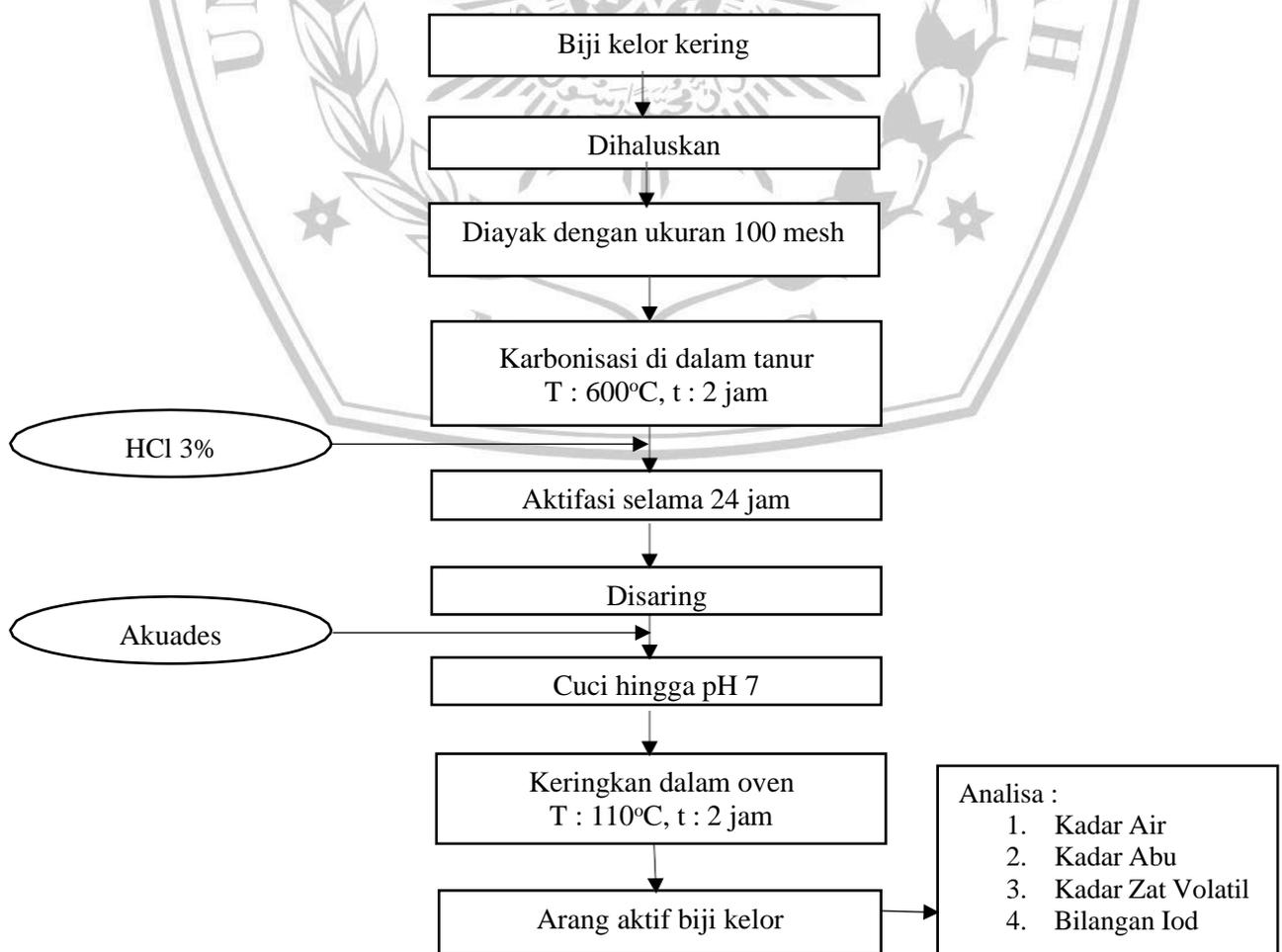
3.4 Pelaksanaan Penelitian

Pelaksanaan penelitian ini terdiri dari beberapa rangkaian prosedur yang meliputi pembuatan arang aktif, karakterisasi arang aktif biji kelor yaitu kadar air, kadar abu, kadar zat volatil, dan bilangan Iod, analisa minyak goreng bekas sebelum dilakukan pemurnian, pemurnian minyak goreng bekas dan analisa minyak goreng bekas setelah dimurnikan meliputi asam lemak bebas, bilangan asam, bilangan peroksida, kadar air, dan warna.

3.4.1 Pembuatan Arang Aktif (Dahlan, 2013)

Biji kelor kering dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Setelah itu dikarbonisasi di dalam tanur selama 2 jam dengan suhu pembakaran 600°C. Arang diaktifasi di dalam larutan HCl 3% selama 24 jam. Sampel kemudian disaring dengan kertas saring, dan dicuci dengan akuades hingga pH 7. Sampel dikeringkan dalam oven dari suhu kamar sampai suhu 110 °C selama 2 jam. Diagram alir pembuatan arang aktif disajikan pada Gambar 2.

Gambar 2. Diagram Alir Pembuatan Arang Aktif Biji Kelor



3.4.2 Pemurnian Minyak Goreng Bekas

1. *Despicing* (Ketaren, 2005)

Ditimbang sebanyak 500 mL minyak goreng bekas kemudian ditambahkan air dengan komposisi minyak:air (1:1) ke dalam gelas beaker 1000 mL, selanjutnya dipanaskan sampai air dalam gelas beaker tinggal setengahnya, lapisan minyak diambil, bisa dibantu dengan corong pisah. Diendapkan dalam corong pemisah selama 1 jam, kemudian fraksi air pada bagian bawah dipisahkan sehingga diperoleh fraksi minyak, setelah itu dilakukan penyaringan dengan kain bersih untuk memisahkan kotoran yang tersisa.

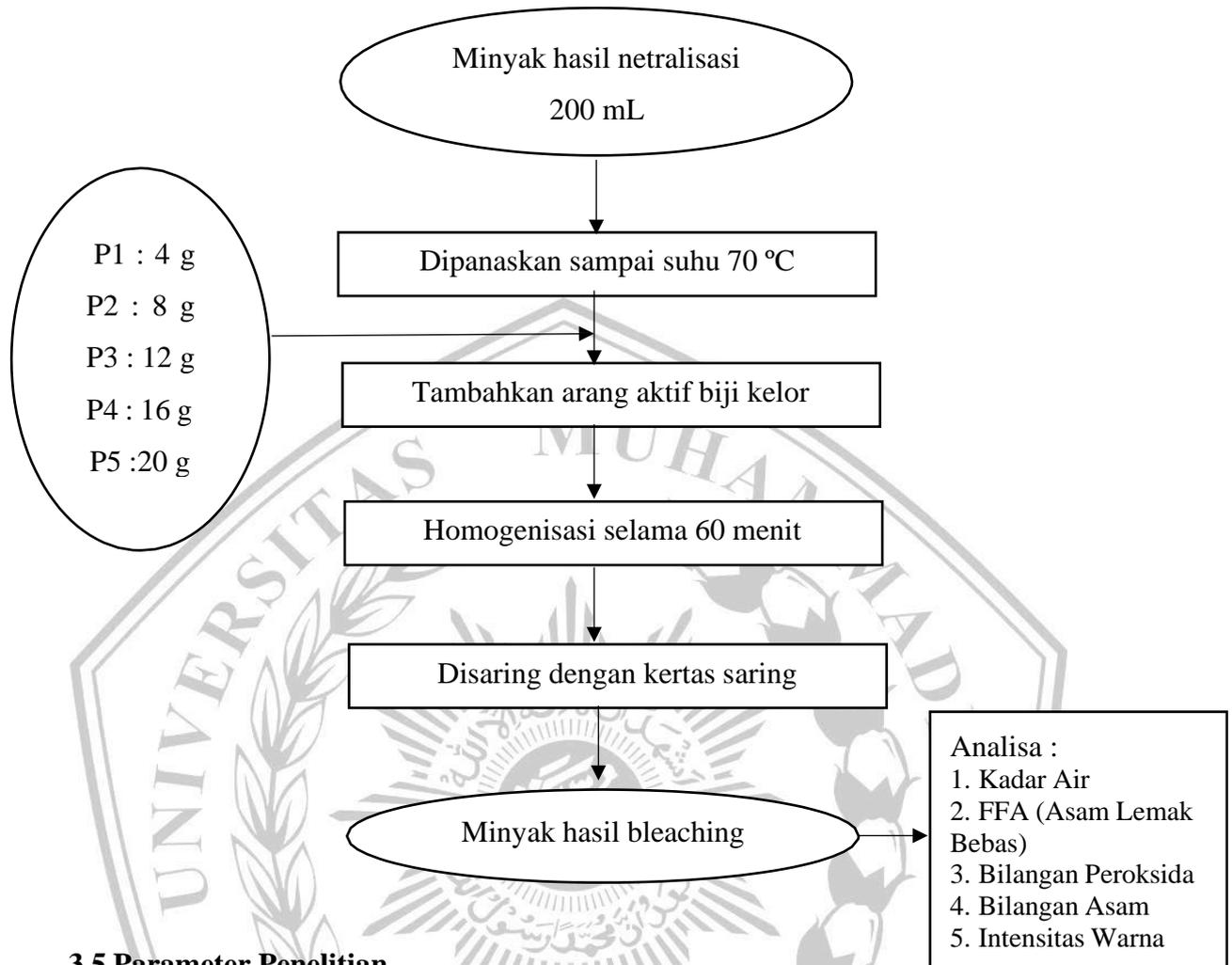
2. *Netralisasi* (Ketaren, 2005)

Minyak goreng hasil proses *despicing* sebanyak 450 mL dimasukan ke dalam beaker glass kemudian dipanaskan pada suhu 35 °C kemudian ditambahkan 18 ml larutan NaOH 16% dengan suhu ditingkatkan 40 °C sambil diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit, kemudian didiamkan 10 menit sampai dingin dan dipisahkan minyak dari sabun dengan cara disaring menggunakan kain.

3. *Bleaching* (Yulianti, 2009)

Minyak goreng hasil netralisasi sebanyak 200 mL dipanaskan sampai suhu 70 °C, dimasukkan serbuk karbon aktif biji kelor dengan massa yang berbeda yaitu 4 g, 8 g, 12 g, 16 g, 20 g dengan suhu ditingkatkan 100 °C sambil dilakukan pengadukan dengan magnetik *stirer* selama 60 menit. Selanjutnya disaring dengan kertas saring. Proses *bleaching* disajikan pada Gambar 3.

Gambar 3. Diagram Alir Proses Bleaching Minyak Goreng Bekas



3.5 Parameter Penelitian

3.5.1 Parameter Penelitian Arang Aktif Biji Kelor

1. Analisa Kadar Air (SNI 06-3730-1995)

- Cawan porselen dikeringkan di dalam oven sehari sebelum dilakukan analisa kadar air
- Cawan didinginkan di dalam desikator selama 30 menit dan timbang bobot kosongnya
- Cawan diisi sampel sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 105 °C selama 3 jam
- Cawan dikeluarkan dari oven dan didinginkan dalam desikator kemudian ditimbang dan dihitung dengan rumus :

$$M (\%) = \frac{M2 - M3}{M2 - M1} \times 100\%$$

Keterangan:

M = kadar air

M1 = massa cawan kosong (gram)

M2 = massa cawan kosong + bobot sampel sebelum pemanasan (gram)

M3 = massa cawan kosong + bobot sampel setelah pemanasan (gram)

2. Analisa Kadar Abu (SNI 06-3730-1995)

- Cawan porselen dikeringkan di dalam oven sehari sebelum dilakukan analisa kadar abu
- Cawan didinginkan selama 30 menit di dalam desikator kemudian ditimbang bobot
- Sampel dimasukkan sebanyak 1 gram ke dalam cawan kemudian dilakukan pengabuan dengan tanur yang bersuhu 650 °C selama 4 jam
- Sampel yang telah diabukan kemudian didinginkan di dalam tanur kemudian dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang
- Perhitungan kadar abu dihitung dengan rumus :

$$A(\%) = \frac{M3 - M4}{M2 - M1} \times 100\%$$

Keterangan :

A = kadar abu

M1 = massa cawan kosong sebelum dipanaskan

M2 = massa cawan + sampel sebelum pemanasan

M3 = massa cawan + sampel setelah pemanasan

M4 = massa cawan kosong setelah dipanaskan

3. Analisa Kadar Zat Volatil (SNI 06-3730-1995)

- Cawan porselen kosong beserta tutupnya terlebih dahulu dipijarkan dalam tanur selama 30 menit
- Cawan didinginkan dalam desikator kemudian ditimbang
- Sampel ditimbang sebanyak 1 gram ke dalam cawan kosong tersebut
- Cawan ditutup dan dimasukkan ke dalam tanur dengan suhu 900 °C selama 15 menit

- e. Cawan didinginkan dan ditimbang, kemudian dapat dihitung dengan rumus

$$\% \text{ loss} = \frac{M2 - M3}{M2 - M1} \times 100\%$$

$$VM = \% \text{ loss} - \% M$$

Keterangan:

VM = kadar zat menguap

M1 = massa cawan kosong

M2 = massa cawan kosong + bobot sampel sebelum pemanasan

M3 = massa cawan kosong + bobot sampel setelah pemanasan

M = kadar air dalam sampel

4. Analisa Daya Serap I₂ (SNI 06-3730-1995)

- Karbon aktif dimasukkan ke dalam oven ($T = 115 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, $t = 1\text{ h}$)
- Karbon aktif didinginkan dalam desikator kemudian ditimbang sebanyak 0,5 gram dan dipindahkan ke dalam erlenmeyer yang gelap dan tertutup
- 50 ml larutan iod 0,1 N ditambahkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi karbon aktif kemudian dihomogenkan dengan magnetic stirrer selama 15 menit pada suhu kamar
- Setelah itu, disaring dengan kertas saring dan didapatkan filtratnya
- Pipet 10 ml filtrat lalu pindahkan ke dalam erlenmeyer kemudian dititrasikan dengan larutan Na-tiosulfat 0,1 N
- Jika warna kuning dari larutan telah samar, tambahkan larutan kanji 1% sebagai indikator
- Kemudian dititrasikan kembali dengan teratur hingga warna biru larutan hilang (titik akhir)
- Hitung daya serap iod (bilangan iod) dengan rumus:

$$\frac{(10 - \frac{V \times N}{0,1}) \times 12,69 \times 5}{W}$$

Keterangan:

V = larutan Na-tiosulfat yang diperlukan (ml)

N = normalitas larutan Na-tiosulfat

12,69 = jumlah iod sesuai dengan 1 ml larutan Na-tiosulfat 0,1 N

W = karbon aktif (gram)

3.5.2 Parameter Penelitian Minyak Goreng Bekas

1. Penentuan FFA (AOAC, 1990)

- Ditimbang sebesar 5 gram minyak goreng dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml
- Ditambahkan 50 ml etanol 95% dan dipanaskan pada suhu 40 °C
- Ditambahkan 2 ml indikator pp
- Titration dengan larutan 0,1 N NaOH sampai muncul warna merah jambu dan tidak hilang selama 30 detik.

$$\%FFA = \frac{mL NaOH \times N NaOH \times BM}{berat sampel \times 1000} \times 1000$$

2. Penentuan Bilangan Peroksida (AOAC, 1990)

- Minyak goreng ditimbang 5 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL
- Ditambahkan 30 mL larutan asam asetat-kloroform (3:2), dikocok sampai bahan terlarut semua
- Ditambahkan 0,5 mL larutan jenuh KI dengan erlenmeyer dibuat tertutup
- Didiamkan selama 1 menit sambil digoyang, setelah itu ditambahkan 30 mL akuades.
- Tambahkan 0,5 mL larutan amilum 1%
- Titration dengan 0,01 N Na₂SO₃ sampai warna kuning hampir hilang.
- Dihitung angka peroksida yang dinyatakan dalam mili-equivalen dari peroksida dalam setiap 1000 g sampel.

$$Bilangan Peroksida = \frac{mL Na_2S_2O_3 \times Vol. Titration}{berat sampel (gram)} \times 1000$$

3. Penentuan Bilangan Asam (Suroso, 2013)

- Bilangan asam merupakan jumlah milligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan 1 gram sampel.
- Bilangan asam dihitung dari nilai % asam lemak bebas menggunakan persamaan :

$$\text{Bilangan asam} = \% \text{ ALB} \frac{BM \text{ KOH}}{\frac{BM \text{ Asam Lemak}}{10}}$$

4. Penetapan Kadar Air (Suroso, 2013)

- a. Cawan porselen yang bersih dipanaskan dalam oven dengan suhu 105 °C selama 30 menit
- b. Dinginkan dalam desikator, lalu ditimbang hingga diperoleh bobot konstan cawan kosong-kering
- c. Sampel minyak goreng ditimbang sebanyak 2 g dalam cawan tersebut, kemudian dipanaskan dalam oven bersuhu 105 °C selama 4 jam
- d. Sampel didinginkan dalam desikator selama lebih kurang 15 menit dan ditimbang kembali. Pengurangan berat merupakan banyaknya air dalam minyak.

$$\% \text{ Kadar Air} = \frac{\text{Berat Cawan Minyak} - \text{Bobot Cawan Kering}}{\text{Berat sampel}} \times 100\%$$

5. Intensitas Warna (Paramitha, 2012)

- a. Memasukkan sampel minyak ke dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 470 nm dan sampel blankonya adalah minyak goreng bekas sebelum di *bleaching*.

3.6 Analisis Data

Analisis statistik data terhadap analisis fisik, kimia dan sensori dilakukan dengan menggunakan uji Analysis of Variance (ANOVA). Jika hasil uji ANOVA menyatakan bahwa sampel yang diuji berbeda nyata pada taraf kepercayaan 0.05, maka dilakukan uji lanjut menggunakan uji Duncan. Analisis data dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak SPSS.