

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Bahan dan Alat

3.1.1. Bahan-bahan yang digunakan

Buah kelapa yang berasal dari Kabupaten Bengkalis, Indragiri Hilir, Pelalawan dan Rokan Hilir, xylol (*Merck Darmstadt, Germany*), kloroform (*Merck Darmstadt, Germany*), kalium iodida (*Merck Darmstadt, Germany*), CCl_4 (*Merck Darmstadt, Germany*), larutan wijis (*Merck Darmstadt, Germany*), asam asetat glasial p.a (*Merck Darmstadt, Germany*), etanol 95% (*Merck Darmstadt, Germany*), metanol 95% (*Merck Darmstadt, Germany*), BF_3 dalam metanol (Sigma-Aldrich Co, USA), n-heksan (*Merck Darmstadt, Germany*), standar asam lemak GLC-10 (SUPELCO, Cat. No. 1891-1AMP, Bellefonte) dan GLC-30 (SUPELCO, Cat. No.1893-1AMP, Bellefonte), dan reagen-reagen proanalisis lain sesuai dengan metode yang digunakan.

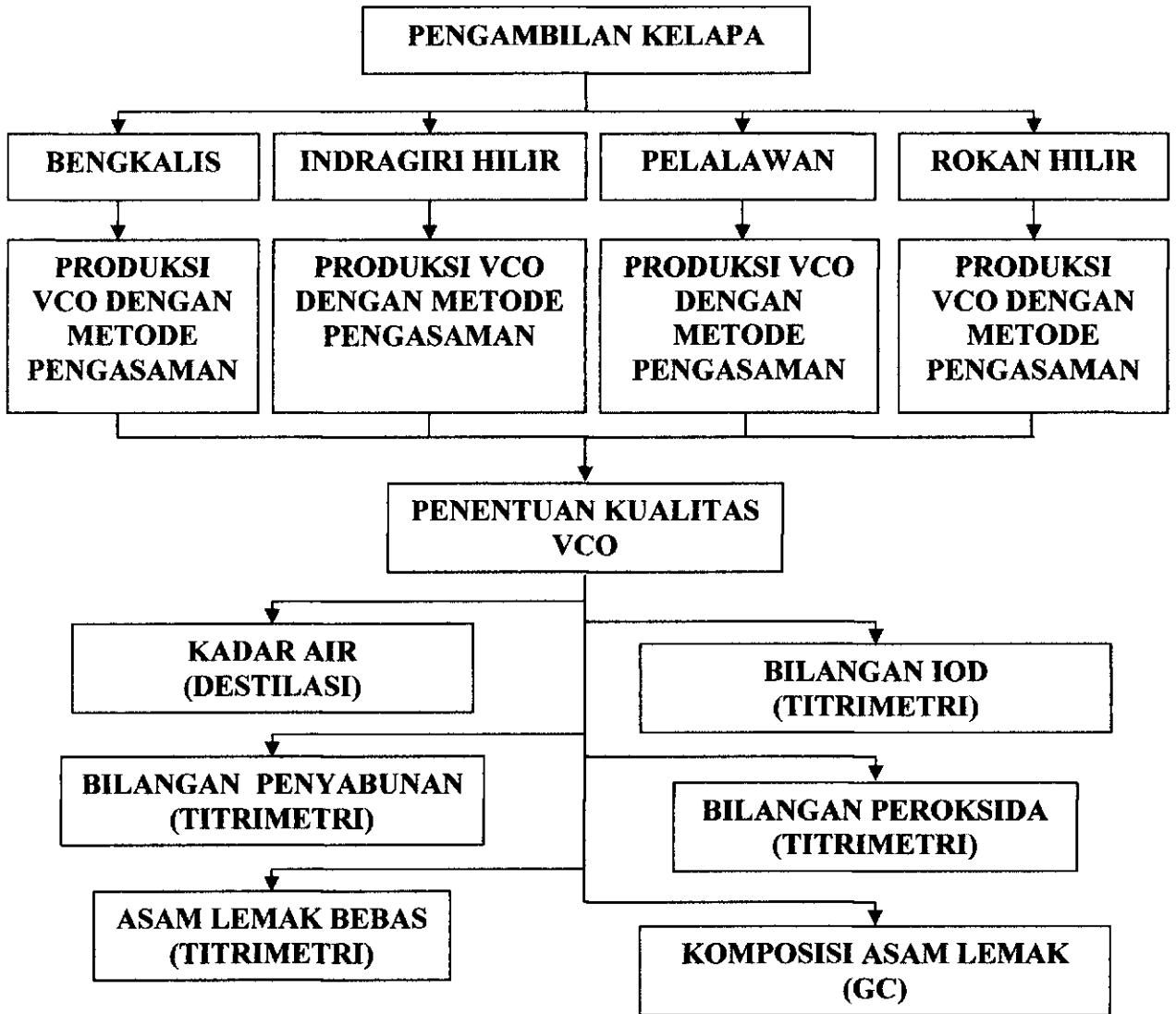
3.1.2. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan antara lain Kromatografi gas Clarus 500 dengan menggunakan jenis detektor FID (*Flame Ionization Detector*) dan kolom WCOT *Fused Silica* (25 m x 0,32 mm ID) *Coating CP-Wax 52CB* (Perkin-elmer, USA), pH meter (Hanna Instrument, USA), neraca analitik BP 210 S (Sartorius AG, Germany), dan peralatan lain yang digunakan sesuai dengan prosedur kerja.

3.2. Rancangan Penelitian

Buah kelapa yang digunakan berasal dari empat daerah, yaitu Bengkalis, Indragiri Hilir, Pelalawan dan Rokan Hilir. VCO dibuat dengan menggunakan metode pengasaman, dengan cara menambahkan asam asetat 25% ke dalam krim kelapa dan didiamkan sampai terbentuk minyak. Kemudian minyak dipisahkan dari air. Untuk penentuan kualitas VCO maka akan dilakukan beberapa uji antara lain, kadar air, bilangan iod, bilangan penyabunan, bilangan peroksida, asam lemak bebas, dan asam-asam lemak. Kadar air dilakukan dengan cara destilasi, sedangkan bilangan iod, bilangan penyabunan, bilangan peroksida, dan asam

lemak bebas dilakukan dengan metode titrimetri. Asam-asam lemak ditentukan dengan menggunakan kromatografi gas.



Gambar 9. Rancangan penelitian

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Penentuan pH optimum

Sebanyak 5 butir kelapa diparut dan hasil parutan dicampurkan dengan 3 L air. Kemudian diremas-remas dan disaring dengan menggunakan kain. Santan ditampung dalam stoples transparan dan didiamkan selama 2 jam hingga terbentuk krim. Setelah itu, krim dipisahkan dari air dan diukur pHnya, ditambahkan asam asetat 25% ke dalam krim sambil diaduk sampai pH sama dengan 3. Dilakukan perlakuan yang sama untuk pH 3,5; 4 dan 4,5.

3.3.2. Pembuatan *Virgin Coconut Oil* (VCO) dengan metode pengasaman

Sebanyak 10 butir kelapa yang berasal dari daerah Bengkalis, Indragiri Hilir, Pelalawan dan Rokan Hilir, daging kelapanya diparut dan hasil parutan dicampurkan dengan 6 L air. Kemudian diremas-remas dan disaring dengan menggunakan kain (Setiaji dan Prayugo, 2006).

Santan ditampung dalam stoples transparan dan didiamkan selama 2 jam hingga terbentuk krim. Krim dipisahkan dari air dan diukur pH krim, tambahkan asam asetat 25% ke dalam krim sambil diaduk sampai pH sama dengan 3,5. Kemudian stoples ditutup dengan penutupnya dan didiamkan sampai terbentuk tiga lapisan, dari atas ke bawah, minyak, blondo, dan air. Minyak dipisahkan dari air dengan hati-hati, kemudian minyak disaring dengan kain (Setiaji dan Prayugo, 2006). Ini dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

3.3.3. Uji kualitas

1. Kadar air

Sebanyak 100 gram sampel dimasukkan ke dalam labu didih dan ditambahkan 60 mL xylol serta batu didih. Labu didih disambung dengan alat aufhauser dan panaskan di atas penangas listrik selama satu jam dihitung sejak mulai mendidih. Setelah cukup satu jam alat pemanas listrik dimatikan dan alat aufhauser dibiarkan mendingin. Pengulangan dilakukan sebanyak 2 kali. Kemudian kadar air dalam sampel dihitung (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{V}{W} \times 100$$

Keterangan : W adalah berat sampel, dinyatakan dalam gram.

V adalah air yang dibaca pada alat aufhauser, dinyatakan dalam mL.

2. Bilangan iod

Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer 500 mL. 15 mL karbon tetraklorida ditambahkan untuk melarutkan lemak dan tambahkan 25 mL larutan wijs dengan menggunakan pipet gondok, kemudian erlenmeyer tersebut ditutup dan disimpan selama 1 jam. Ditambahkan sebanyak 10 mL larutan KI 20% dan 100 mL aquadest dan erlenmeyer ditutup dengan segera, kocok dan dititrasikan dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N serta larutan kanji sebagai indikator. Kemudian bilangan Iod dalam sampel dihitung (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

$$\text{Bilangan Iod (g iod/100 g cth)} = \frac{12.69 \times T \times (V_3 - V_4)}{m}$$

Keterangan : T adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N

V_3 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitrasi blanko, dinyatakan dalam mL.

V_4 adalah volume larutan tio 0,1 N yang diperlukan pada penitrasi sampel, dinyatakan dalam mL.

m adalah berat contoh, dinyatakan dalam gram.

3. Bilangan penyabunan

Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 25 mL KOH 0,5 N dalam etanol 95% dengan menggunakan pipet, serta beberapa batu didih. Erlenmeyer dihubungkan dengan pendingin tegak dan dididihkan diatas penangas air selama 1 jam. Sebanyak 0,5-1 mL fenolftalein ditambahkan ke dalam larutan tersebut dan dititrasikan dengan HCl 0,5 N sampai warna indikator berubah menjadi tidak berwarna. Kemudian bilangan penyabunan dalam contoh dihitung (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

$$\text{Bilangan penyabunan (mg KOH/g lemak)} = \frac{56,1 \times T \times (V_0 - V_1)}{m}$$

Keterangan : V_0 adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada penitiran blanko, dinyatakan dalam mL.

V_1 adalah volume HCl 0,5 N yang diperlukan pada penitiran contoh, dinyatakan dalam mL.

T adalah normalitas HCl 0,5 N

m adalah berat contoh, dinyatakan dalam gram.

$$\text{Berat molekul rata-rata triasilgliserol (g/mol)} = \frac{56,1}{SN} \times \frac{1000mg}{g} \times 3$$

Keterangan : SN adalah bilangan penyabunan (mg KOH/g lemak)

g adalah berat sampel (g)

4. Bilangan peroksida

Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, dan tambahkan 30 mL campuran larutan dari 20 mL asam asetat glasial, 25 mL metanol 95% dan 55 mL kloroform. Sebanyak 1 gram Kristal kalium iodida ditambahkan dan disimpan di tempat gelap selama 30 menit. Sebanyak 50 mL aquadest bebas CO_2 ditambahkan dan dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat 0,02 N dengan larutan kanji sebagai indikator. Kemudian bilangan peroksida dalam sampel dihitung (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

$$\text{Bilangan peroksida (mgek/kg)} = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m} \times 1000$$

Keterangan : V_0 adalah nilai numerik volume dari larutan natrium tiosulfat untuk blanko, dinyatakan dalam mL.

V_1 adalah nilai numerik volume dari larutan natrium tiosulfat untuk sampel, dinyatakan dalam mL.

T adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat yang digunakan

m adalah berat sampel, dinyatakan dalam gram.

5. Asam lemak bebas

Sebanyak 5 gram sampel dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan tambahkan 50 mL etanol 95% netral. Sebanyak 3 tetes indikator fenolftalein ditambahkan dan dititrasi dengan larutan standar KOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap (tidak berubah selama 15 detik). Kemudian bilangan asam lemak bebas dihitung (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

$$\text{Bilangan asam lemak bebas (\%)} = \frac{20 \times V \times T}{m}$$

Keterangan: V adalah volume NaOH yang diperlukan dalam penitrasi, dinyatakan dalam mL.

T adalah normalitas NaOH.

m. adalah berat sampel, dinyatakan dalam gram.

6. Asam-asam lemak

Sebanyak 0,25 gram sampel, dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL dan tambahkan 6 mL NaOH 0,5 N dalam metanol dan 5 mL BF₃-metanol. Diletakkan di atas penangas air (70-90°C) selama 2 menit dengan pendingin tegak. Sebanyak 5 mL n-heksan ditambahkan melalui kondensor, kemudian dibiarkan selama 1 menit di atas penangas air (selama pemanasan, labunya jangan di aduk). Kondensor dilepaskan dan didinginkan selama 15 menit. Sebanyak 30 mL NaCl jenuh ditambahkan, labu ditutup dan digoyang dengan hati-hati selama 1 menit. Kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah, labu dibilas dengan aquadest dan ditambahkan 50 mL n-heksan. Kocok selama 3 menit, lalu didiamkan sampai terpisah dengan lapisan atas berupa campuran n-heksan dan asam lemak sedangkan lapisan bawah air. Lapisan bawah yang berupa air dibuang, sedangkan residunya ditambahkan dengan aquadest, kocok selama 3 menit, kemudian didiamkan sampai terpisah. Lapisan bagian atas (larutan n-heksan yang mengandung asam lemak) dipisahkan dari air, dan cuci larutan n-heksan dengan aquadest hingga bebas basa. Kemudian masukkan larutan n-heksan yang mengandung asam lemak ke dalam labu didih berdasar bulat atau erlenmeyer dan uapkan n-heksan di atas penangas air. Larutkan residu dengan 1 mL n-heksan dan

injeksikan ke kromatografi gas sebanyak 1 μ l (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

3.4. Analisis Data

Data dianalisis untuk melihat apakah akan ada perbedaan yang nyata antara kadar air, bilangan iod, bilangan penyabunan, bilangan peroksida, asam lemak bebas, dan asam lemak pada VCO yang berasal dari keempat kabupaten (Kabupaten Bengkalis, Indragiri Hilir, Pelalawan, dan Rokan Hilir). Penelitian dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Data yang diperoleh akan dianalisis secara statistik dengan metode ANOVA. Jika signifikan akan diuji selanjutnya dengan metode Duncan jarak berganda.

