



**KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KOMPOSISI ASAM LEMAK DARI  
PEMURNIAN LIMBAH PENGALANGAN IKAN DENGAN VARIASI  
WAKTU SIMPAN LIMBAH DAN SUHU  
PADA *DEGUMMING***

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi MIPA (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**Aletiyana Wahyuni Fauziah**

**NIM 071810301058**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2013**

## **PERSEMBAHAN**

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Ibunda Istikomah serta ayahanda Suyadi, yang tidak pernah berhenti untuk selalu mendoakan, mencurahkan segenap kasih sayang dan perhatian, mendidik dengan penuh kesabaran dan mendukung disetiap langkah;
2. adikku tersayang, Diah Yulian Setyorini yang selalu memberikan keceriaan setiap harinya;
3. Almamaterku tercinta Kimias Fakultas MIPA Universitas Jember.

## MOTTO

Jika kamu berbuat baik (berarti) kamu berbuat baik bagi dirimu sendiri, dan jika kamu berbuat jahat, maka kejahatan itu untuk dirimu sendiri..” (QS. Al-Isra’: 7)

*(Terjemahan Surat Al-Isra’7)\*)*

Islam pada mulanya asing dan akan kembali asing seperti semula, maka berbahagialah orang yang terasing. (HR. Muslim)\*\*)

---

\*)Departemen Agama Republik Indonesia. 1997. *Al Qur’an dan Terjemahannya juz 1-juz 30*. Surabaya: CV Jaya Sakti.

\*\*\*)Al-’Audah, S. 2000. *Silsilah Rasail Al-Ghuraba’ Al-Ghurabaul Awwalun Juz 1 Cetakan ke-4*. Markaz Ash-Shiddiq Al-Ilmi.

## PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Alettiyana Wahyuni Fauziah

NIM : 071810301058

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya tulis ilmiah yang berjudul “*Karakterisasi Dan Penentuan Komposisi Asam Lemak Dari Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan Dengan Variasi Waktu Simpan Limbah Dan Suhu Pada Degumming*” adalah benar-benar hasil karya tulis sendiri, kecuali jika disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Februari 2013

Yang menyatakan,

Alettiyana Wahyuni Fauziah

NIM 071810301058

# **SKRIPSI**

## **KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KOMPOSISI ASAM LEMAK DARI PEMURNIAN LIMBAH PENGALENGAN IKAN DENGAN VARIASI WAKTU SIMPAN LIMBAH DAN SUHU PADA *DEGUMMING***

Oleh

**ALETTIYANA WAHYUNI FAUZIAH  
NIM 071810301058**

### **Pembimbing**

**Dosen Pembimbing Utama : drh.Wuryanti Handayani M.Si**  
**Dosen Pembimbing Anggota : Ika Oktavianawati S.Si, M.Si**

## RINGKASAN

**Karakterisasi Dan Penentuan Komposisi Asam Lemak Dari Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan Dengan Variasi Waktu Simpan Limbah Dan Suhu Pada *Degumming***; Aletiyana wahyuni Fauziah, 071810301058; 2008; 57 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Ikan merupakan sumber protein hewani dan juga memiliki kandungan gizi yang tinggi di antaranya mengandung mineral, vitamin, dan lemak tak jenuh. Pengolahan ikan dilakukan untuk meningkatkan daya tahan ikan mentah. Salah satu cara yang dapat dilakukan yaitu dengan cara pengalengan. Pada pengalengan ikan dihasilkan limbah cair yang dapat dimanfaatkan kembali apabila mengalami proses pengolahan lebih lanjut. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh waktu simpan limbah dan suhu pada proses *degumming* terhadap karakter minyak sebelum dan sesudah proses pemurnian minyak ikan. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember dengan waktu penelitian mulai Desember 2011 sampai Mei 2012.

Pada penelitian ini, digunakan tiga jenis limbah minyak yaitu Limbah yang disimpan selama satu hari, dua hari, dan tiga hari. Suhu yang digunakan pada proses *degumming* yaitu 50°C dan 70°C. Tahapan karakterisasi minyak dilakukan dengan cara mengukur, titik keruh, kadar ALB, bilangan peroksida, bilangan iod dan bilangan penyabunan, selain itu juga dilakukan uji komposisi asam lemak dengan menggunakan GCMS. Tahapan pemurnian minyak meliputi *degumming*, netralisasi dan *bleaching*. Pada tahapan *degumming*, dilakukan pemisahan pengotor dengan suhu pemanasan 50°C dan 70°C. Tahap netralisasi dilakukan dengan cara menambahkan sejumlah basa untuk menurunkan kadar ALB dengan menggunakan konsentrasi basa 20<sup>o</sup> Be (167 gr NaOH/L). Pada tahap *bleaching*, minyak yang telah mengalami tahap netralisasi ditambahkan absorben untuk menjernihkan minyak dengan konsentrasi 1%.

Hasil yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan bahwa dengan bertambahnya waktu simpan limbah minyak ikan, maka akan mempengaruhi sifat fisik, kimia, dan komposisi minyak ikan. Hal ini disebabkan karena semakin lama limbah cair disimpan, maka akan terjadi kerusakan akibat proses hidrolisis minyak ataupun oksidasi, sehingga dalam penelitian ini limbah yang memiliki kualitas baik yaitu limbah yang memiliki umur satu hari, sedangkan penggunaan suhu degumming terbaik yaitu suhu 70°C. Hal ini disebabkan karena pada suhu 70°C minyak terpisah sempurna dengan pengotor.

## PRAKATA

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan karya tulis ilmiah (SKRIPSI) yang berjudul “*Karakterisasi Dan Penentuan Komposisi Asam Lemak Dari Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan Dengan Variasi Waktu Simpan Limbah Dan Suhu Pada Degumming*”. Karya tulis ilmiah ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penulis menyadari bahwa penyusunan karya tulis ilmiah ini tidak terlepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak, sehingga pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Prof. Drs. Kusno DEA., PhD selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Drs. Achmad Sjaifullah M.Sc., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember dan selaku Dosen Penguji yang telah meluangkan waktu, pikiran, kritik, dan saran yang telah diberikan demi kesempurnaan penulisan skripsi ini;
3. drh. Wuryanti Hahdayani M.Si, selaku Dosen Pembimbing Utama (DPU) dan Ika Oktavianawati, M.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Anggota (DPA) yang telah meluangkan waktu dan pikiran serta perhatiannya guna memberikan bimbingan dan pengarahan demi terselesaikannya penulisan skripsi ini;
4. Drs.Siswoyo selaku Dosen Penguji II terima kasih atas segala masukan, kritikan dan saran yang telah diberikan bagi kesempurnaan penulisan skripsi ini;
5. Drs. Mukh. Mintadi M.Sc., Ph.D, selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
6. seluruh staf dosen pengajar dan seluruh teknisi laboratorium Jurusan Kimia;

7. Susi Astutik dan Ratih Ratna Dewi sebagai teman satu tim penulis, terima kasih atas bantuan, keceriaan dan motivasinya serta teman-teman angkatan 2007 terima kasih atas kebersamaannya selama kuliah;
8. Ratih Ayu, Halimatul Holila, Melly Fuadah, Evi Aulia dan seluruh teman-teman kosan 77A terima kasih atas semangat, keceriaan dan kebersamaan dalam suka dan duka.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga tulisan ini dapat bermanfaat.

Jember, Februari 2013

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PEMBIMBINGAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>RINGKASAN</b> .....	vii
<b>PRAKATA</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xvi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvii
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	1
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	3
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	3
<b>1.4 Tujuan Penelitian</b> .....	4
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	4
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
<b>2.1 Lipid</b> .....	5
<b>2.2 Minyak Ikan</b> .....	7
2.2.1 Asam Lemak Omega-3 .....	8
<b>2.3 Mutu Minyak Ikan</b> .....	11
<b>2.4 Pemurnian Minyak Ikan</b> .....	12
2.4.1 Degumming.....	13
2.4.2 Netralisasi.....	13

2.4.3 Bleaching.....	14
<b>2.5 Analisa Sifat Fisik Dan Kimia.....</b>	<b>17</b>
2.5.1 Sifat Fisik Minyak.....	17
a. Titik Keruh .....	17
2.5.2 Analisis sifat kimia minyak.....	18
a. Bilangan Iod .....	18
b. Bilangan Asam Lemak Bebas .....	19
c. Bilangan Peroksida.....	19
d. Bilangan Penyabunan.....	21
2.5.3 Analisis Asam Lemak Dengan Kromatografi	
Gas Spektrometri massa.....	21
<b>BAB 3. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>23</b>
<b>3.1 Tempat dan Waktu .....</b>	<b>23</b>
<b>3.2 Alat dan Bahan.....</b>	<b>23</b>
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan .....	23
<b>3.3 Rancangan Penelitian .....</b>	<b>24</b>
3.3.1 Diagram Penelitian.....	24
<b>3.4 Prosedur Percobaan.....</b>	<b>24</b>
3.4.1 Preparasi Sampel.....	25
3.4.2 Degumming.....	25
3.4.3 Netralisasi.....	25
3.4.4 Pemucatan .....	25
3.4.5 Pengujian Sifat Fisika .....	26
a. Titik Keruh.....	26
3.4.6 Pengujian Sifat Kimia .....	25
a. Bilangan Iod .....	26
b. Bilangan Peroksida.....	27
c. Kadar Asam Lemak Bebas .....	27

d. Bilangan Penyabunan. ....	28
3.4.7 Uji Komposisi Minyak Ikan.....	28
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	29
<b>4.1 Karakteristik fisik dan kimia serta komposisi</b>	
<b>asam lemak limbah pengalengan ikan</b> .....	29
4.1.1 Karakteristik fisik dan kimia.....	30
a. Titik Keruh.....	30
b. Asam Lemak Bebas .....	31
c. Bilangan Peroksida .....	33
d. Bilangan Penyabunan .....	34
e. Bilangan Iod.....	35
4.2.2 Komposisi Asam Lemak Limabah	
Pengalengan Ikan .....	37
<b>4.1.2 Karakteristik fisik dan kimia serta komposisi</b>	
<b>asam lemak minyak ikan setelah pemurnian</b> .....	39
4.2.1 Karakteristik fisik dan kimia .....	39
a. Titik Keruh.....	40
b. Asam Lemak Bebas .....	41
c. Bilangan Peroksida .....	42
d. Bilangan Penyabunan .....	43
e. Bilangan Iod.....	44
f. Rendemen.....	45
4.2.2 Komposisi Asam Lemak Minyak Ikan	
Setelah Pemurnian.....	47
<b>BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	49
<b>5.1 Kesimpulan</b> .....	49
<b>5.2 Saran</b> .....	49
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	50
<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN</b> .....	53

## DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Profil asam lemak dari minyak ikan.....	10
2.2 Panduan mutu minyak ikan kasar .....	11
4.1 Sifat fisik dan kimia limbah pengalengan ikan.....	30
4.2 Komposisi asam lemak limbah pengalengan ikan.....	38
4.3 Persentase asam lemak jenuh dan tidak jenuh limbah pengalengan ikan .....	38
4.4 Karakterisasi fisik dan kimia minyak ikan setelah pemurnian....	39
4.5 Komposisi asam lemak minyak ikan setelah pemurnian .....	47
4.6 Persentase asam lemak jenuh dan tidak jenuh minyak ikan setelah pemurnian.....	48

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Reaksi pembentukan trigliserida.....	5
2.2 Struktur umum asam lemak.....	6
2.3 Rumus molekul EPA, dan DHA .....	9
2.4 Reaksi penyabunan .....	14
2.5 Reaksi adisi ikatan rangkap .....	18
3.1 Diagram penelitian.....	24
4.1 Grafik titik keruh limbah pengalengan ikan.....	30
4.2 Reaksi hidrolisis pada minyak .....	32
4.3 Grafik kadar ALB limbah pengalengan ikan .....	32
4.4 Grafik bilangan peroksida limbah pengalengan ikan.....	32
4.5 Reaksi oksidasi pada minyak .....	33
4.6 Reaksi penyabunan pada minyak.....	34
4.7 Grafik bilangan penyabunan limbah pengalengan ikan .....	35
4.8 Reaksi minyak pada uji bilangan iod .....	36
4.9 Grafik bilangan iod limbah pengalengan ikan .....	36
4.10 Grafik titik keruh minyak ikan setelah pemurnian.....	40
4.11 Grafik kadar ALB minyak ikan setelah pemurnian .....	41
4.12 Grafik bilangan peroksida minyak ikan setelah pemurnian.....	42
4.13 Grafik bilangan penyabunan minyak ikan setelah pemurnian .....	44
4.14 Grafik bilangan minyak ikan setelah pemurnian .....	45
4.15 Rendemen minyak ikan setelah pemurnian .....	46

## Daftar Lampiran

A. Perhitungan keperluan NaOH untuk netralisasi .....	54
B. Kromatogram Minyak Ikan Sebelum dan Sesudah Pemurnian.....	54
B.1 Kromatogram Limbah Pengalengan Ikan Hari Pertama .....	54
B.2 Kromatogram Limbah Pengalengan Ikan Hari Kedua .....	55
B.3 Kromatogram Limbah Pengalengan Ikan Hari Ketiga.....	57
B.4 Kromatogram Minyak Ikan dengan Suhu degumming 50°C ....	58
B.5 Kromatogram Minyak Ikan dengan Suhu degumming 70°C ....	60
C. Foto Minyak Ikan .....	62
D. Perhitungan Standarisasi .....	64
D.1 Larutan HCl 2 N.....	64
D.2 Larutan HCl 0,5N.....	64
D.3 Larutan KOH 0,1 N.....	64
D.4 Larutan NaOH 0,1 N .....	65
D.5 Larutan Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0,1 N.....	65
E. Data Titrasi .....	66
E.1 ALB .....	66
E.2 Bilangan Iod.....	68
E.3 Bilangan Penyabunan .....	70
E.4 Bilangan Peroksida .....	72
F. Rendemen Minyak Ikan.....	74
G. Pembuatan Larutan.....	75
G.1 Pereaksi Hanus .....	75
G.2 KI 15% .....	75
G.3 Pati 1 % .....	75

G.4 Indikator pp 1% .....	76
G.4 Iodida Jenuh .....	76
G.6 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N .....	76
G.6.1 Standarisasi Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	76
G.7 Pembuatan Larutan HCl 0,5 N .....	77
G.7.1 Standarisasi HCl 0,5 N .....	77
G.8 Larutan HCl 0,1 N .....	77
G.9 Larutan NaOH 0,1 N .....	78
G.10 Larutan KOH 0,1 N .....	79
G.10.1 Standarisasi KOH 0,1 N .....	79

## **BAB 1. PENDAHULUAN**

### **1.1. Latar Belakang**

Ikan merupakan sumber protein hewani dan memiliki kandungan gizi yang tinggi di antaranya mengandung mineral, vitamin, dan asam lemak tak jenuh. Akan tetapi ikan relatif lebih cepat mengalami pembusukan, karena pada saat ditangkap ikan selalu berontak sehingga banyak kehilangan glikogen dan glukosa. Glikogen dan glukosa pada hewan yang mati dapat mengalami glikolisis menjadi asam piruvat yang selanjutnya diubah menjadi asam laktat. Apabila ikan terlalu banyak berontak pada saat ditangkap maka akan banyak kehilangan glikogen dan glukosa sehingga kandungan asam laktat ikan menjadi rendah. Dengan demikian, nilai pH-nya relatif mendekati normal. Nilai pH yang mendekati normal ini sangat cocok untuk pertumbuhan bakteri, sehingga ikan segar harus segera diolah dengan baik agar layak untuk dikonsumsi.

Pengolahan ikan dilakukan untuk memperbaiki cita rasa dan meningkatkan daya tahan ikan mentah serta memaksimalkan manfaat hasil tangkapan maupun hasil budidaya. Salah satu cara yang dapat dilakukan yaitu dengan cara pengalengan. Pengalengan ikan merupakan suatu cara untuk mengawetkan ikan dalam kondisi siap saji. Menurut Winarno (1993), prinsip pengalengan yaitu mengemas bahan pangan dalam wadah yang tertutup rapat sehingga udara dan zat-zat maupun organisme yang merusak atau membusukkan tidak dapat masuk. Pada tahap pemasakan dengan uap air panas (prapemasakan) pada pengalengan ikan dihasilkan cairan hasil samping pengalengan yang merupakan campuran dari fraksi minyak, fraksi air, dan padatan tersuspensi yang sebagian besar terdiri atas protein. Pada industri pengalengan ikan, fraksi cair tersebut ditampung dan didiamkan selama beberapa waktu tertentu. Sehingga cairan hasil samping pengalengan tersebut akan terpisah berdasarkan

fraksinya, yaitu fraksi paling bawah berisi air dan padatan tersuspensi dan pada bagian atas adalah fraksi minyak.

Minyak yang diperoleh dari proses pengalengan ikan memiliki kualitas yang rendah. Hal ini disebabkan karena masih terdapatnya kandungan senyawa peroksida dan asam lemak bebas yang tinggi akibat proses pengepresan. Akan tetapi limbah minyak dari pengalengan ikan ini berada dalam jumlah melimpah dan diduga masih memiliki komponen-komponen bermanfaat. Oleh karena itu, agar limbah minyak ikan ini dapat dimanfaatkan kembali, maka perlu dimurnikan secara benar.

Menurut Ketaren (1986), teknik pemurnian minyak ikan mencakup proses pemisahan *gum* (*degumming*), penyabunan (saponifikasi), dan pemucatan (*bleaching*). *Degumming* dilakukan untuk memisahkan fosfatida, protein, karbohidrat, air dan resin. Saponifikasi bertujuan untuk memisahkan asam lemak bebas dan fosfolipid yang belum dipisahkan pada proses *degumming*. Pemucatan bertujuan untuk menghilangkan zat-zat warna dan bau yang tidak diinginkan dalam minyak.

Berdasarkan urutan teknik pemurnian diatas, *degumming* merupakan tahap awal dari proses pemurnian limbah minyak ikan, sehingga proses ini perlu dioptimasi agar tidak menghambat tahap yang berikutnya. Menurut (Ketaren, 1986), *degumming* perlu dilakukan untuk mengurangi kandungan *gum* yang ada, karena *gum* tersebut akan terserap oleh sabun yang terbentuk dari hasil reaksi antara asam lemak bebas dan natrium hidroksida (basa) pada saat netralisasi dan dapat menghambat proses pemisahan sabun dari minyak. Selain itu, netralisasi yang masih mengandung *gum* akan menambah partikel emulsi dalam minyak, sehingga mengurangi rendemen trigliserida.

*Gum* merupakan suatu polimer yang berukuran koloid (10-1000 Å) dan akan memperlihatkan sifat-sifat koloidnya didalam suatu larutan (Zuhail, 2001). Koagulasi kotoran yang terbentuk koloid lebih mudah dilakukan dengan menaikkan temperatur minyak sekitar 32,2-48,9°C selama setengah jam (Swern, 1979). Menurut Estiasih

(2009), suhu yang digunakan pada proses *degumming* tidak terlalu tinggi, sekitar 50-80°C. Pada prinsipnya suhu yang digunakan adalah suhu disaat viskositas minyak cukup rendah untuk memudahkan fosfatida terhidrasi. Pada penelitian Abdillah (2008), proses *degumming* dilakukan pada suhu 70°C dan menunjukkan adanya penurunan rendemen minyak. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat komponen yang hilang akibat proses *degumming*. Hasil penelitian Nurul (2012), proses *degumming* dilakukan pada suhu 70°C menunjukkan bahwa proses *degumming* mampu menaikkan area relatif asam lemak omega-3 sebesar 73,52%.

Menurut Young (1982), kualitas minyak ikan yang dihasilkan pada proses pemurnian tergantung pada cara penyimpanan dan penanganan ikan sebelum dimurnikan, sehingga dapat dikatakan bahwa selain proses pemurnian limbah minyak ikan, keadaan awal limbah minyak ikan juga sangat mempengaruhi mutu minyak ikan yang dihasilkan. Berdasarkan keterangan diatas dirasa perlu untuk melakukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh waktu simpan limbah minyak ikan dan penggunaan variasi suhu pemanasan pada proses *degumming* terhadap komposisi, karakteristik fisik dan kimia minyak ikan dari limbah pengalengan ikan.

## **1.2 Rumusan Masalah**

1. Bagaimana pengaruh waktu simpan limbah terhadap sifat fisik, kimia, dan komposisi limbah cair pengalengan ikan sebelum pemurnian
2. Bagaimana pengaruh waktu simpan limbah dan suhu *degumming* terhadap sifat fisik, kimia, dan komposisi limbah cair pengalengan ikan setelah pemurnian

## **1.3 Batasan Masalah**

1. Limbah pengalengan ikan yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari limbah cair pengalengan ikan di Muncar, Banyuwangi.
2. Variasi waktu pinyimpanan limbah minyak ikan yaitu 1hari, 2 hari, dan 3 hari.

3. Variasi Suhu pemanasan limbah minyak ikan pada proses *degumming* yaitu 50°C dan 70°C.
4. Sifat fisik minyak yang diamati dalam penelitian ini adalah titik keruh, sedangkan sifat kimia yang diamati adalah : bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan, dan bilangan peroksida.
5. Uji komposisi minyak ikan menggunakan GC-MS.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

1. Mengetahui pengaruh waktu simpan limbah terhadap sifat fisik, kimia, dan komposisi limbah cair pengalengan ikan sebelum pemurnian
2. Mengetahui pengaruh waktu simpan limbah dan suhu *degumming* terhadap sifat fisik, kimia, dan komposisi limbah cair pengalengan ikan setelah pemurnian

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

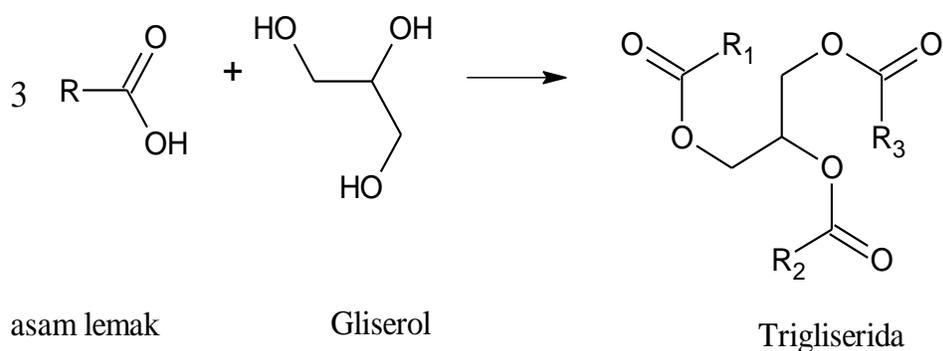
Dari hasil penelitian ini diharapkan memberikan informasi tentang kualitas minyak ikan hasil pemurnian yang terkandung dalam limbah pengalengan akibat waktu penyimpanan dan suhu pada proses *degumming*.

## BAB2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Lipid

Lipid merupakan senyawa organik berminyak atau berlemak yang tidak larut dalam air, yang dapat diekstrak dari sel dan jaringan oleh pelarut non polar, seperti kloroform, atau eter. Lipida memiliki peran penting dalam struktur dan fungsi sel. Jenis lipida paling banyak adalah lemak atau triasilgliserol, yang merupakan bahan bakar bagi semua hampir mikroorganisme (Lehninger, 1982).

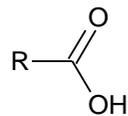
Perbedaan antara minyak dan lemak tidak terletak pada bentuk umum triasilgliserolnya, melainkan komposisi dan jenis asam lemaknya. Lemak banyak mengandung asam lemak jenuh sehingga berwujud padat pada suhu kamar, sedangkan minyak banyak mengandung asam lemak tak jenuh sehingga berwujud cair pada suhu kamar. Minyak dengan nama umum gliserida merupakan triasilgliserol, yaitu triester dari gliserol dan asam lemak. Reaksi pembentukan trigliserida disajikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Reaksi pembentukan trigliserida.

Berdasarkan Gambar 2.1 menunjukkan bahwa, dalam minyak dan lemak terdapat tiga gugus hidroksil dari molekul gliserol yang berada dalam ikatan ester. Gliserol merupakan suatu trihidroksi alkohol yang terdiri atas 3 atom C, yang tiap atom C mempunyai gugus -OH. Satu molekul gliserol dapat mengikat 1, 2 atau 3 molekul asam lemak dalam bentuk ester yang disebut monogliserida, digliserida dan trigliserida.

Asam lemak adalah asam organik yang terdapat dalam bentuk ester trigliserida. Asam ini adalah asam karboksilat yang memiliki rantai karbon panjang. Struktur asam lemak disajikan pada Gambar 2.2 berikut:



Gambar 2.2 Struktur umum asam lemak  
R = rantai karbon jenuh atau tidak jenuh

Asam lemak yang paling banyak terdapat dalam makanan adalah asam lemak dengan struktur lurus dengan jumlah atom karbon genap, dengan satu gugus asam karboksilat (Winarno, 1993). Asam lemak dibagi menjadi dua yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh. Asam lemak jenuh adalah asam lemak yang semua ikatan antar atom karbon dihubungkan dengan ikatan tunggal, kecuali pada gugus karboksilnya, sedangkan posisi lainnya ditempati oleh atom hidrogen. Pada asam lemak tidak jenuh terdapat ikatan rangkap antar dua atom C-nya. Semakin panjang rantai karbon (R) dari asam lemak pada Gambar 2, maka semakin tinggi titik leburnya. Bila dibandingkan dengan asam lemak jenuh maka asam lemak tidak jenuh mempunyai titik lebur yang lebih rendah. Sedangkan sifat kelarutannya dalam air akan semakin berkurang dengan semakin bertambahnya rantai karbon (Poedjiadji, 1994).

## 2.2 Minyak Ikan

Minyak ikan merupakan komponen lemak dalam jaringan tubuh ikan yang telah diekstraksi dalam bentuk minyak. Komponen utama minyak ikan adalah trigliserida, digliserida, dan monogliserida. Trigliserida merupakan komponen terbesar minyak ikan. Sifat trigliserida ini adalah dapat tersabunkan, yaitu dengan alkali membentuk sabun. Komponen tidak tersabunkan yang ada dalam minyak ikan adalah fosfolipid, sterol, ester malam (*wax*). Komponen minor yang larut dalam minyak ikan meliputi vitamin dan pigmen (Estiasih, 2009).

Menurut Weiss (1983), minyak ikan mempunyai beberapa sifat fisik dan kimia. Sifat kimia minyak ikan tersebut antara lain mudah beroksidasi dengan udara dan bersifat asam karena adanya asam lemak bebas, mempunyai sifat aditif karena adanya ikatan-ikatan karbon tak jenuh, mempunyai sifat dapat berpolimerisasi, dan bersifat tidak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut kimia seperti eter, benzena dan petroleum eter. Sedangkan sifat fisik minyak ikan adalah mempunyai berat jenis yang lebih kecil dari berat jenis air, membiaskan cahaya dengan sudut yang spesifik untuk tiap jenis minyak ikan, mempunyai derajat kekentalan yang spesifik.

Komposisi minyak pada ikan air laut lebih banyak dibandingkan dengan air tawar, hal ini terlihat dari kandungan asam lemak ikan air laut yang lebih kompleks dan memiliki asam lemak tak jenuh yang banyak. Asam lemak tak jenuh berantai panjang pada minyak ikan air laut terdiri dari kandungan  $C_{18}$ ,  $C_{20}$  dan  $C_{22}$  dengan kandungan  $C_{20}$  dan  $C_{22}$  yang tinggi dan kandungan  $C_{16}$  dan  $C_{18}$  yang rendah. Kandungan asam lemak tak jenuh PUFA (*polyunsaturated fatty acid*) yang tinggi pada minyak ikan menyebabkan minyak ikan tersebut mudah mengalami kerusakan oksidatif dan mudah menghasilkan bau yang tidak enak. Komposisi Asam lemak jenuh pada hewan laut hanya 20 - 30 % dari total asam lemak. Pada umumnya kandungan asam lemak tak jenuh dengan satu ikatan rangkap pada minyak ikan terdiri dari asam palmitat ( $C_{16}H_{32}O_2$ ) dan asam stearat ( $C_{18}H_{36}O_2$ ). Sedangkan

komposisi asam lemak ikan air tawar mengandung  $C_{16}$  dan  $C_{18}$  yang tinggi dan  $C_{20}$  dan  $C_{22}$  yang rendah (Ackman, 1982).

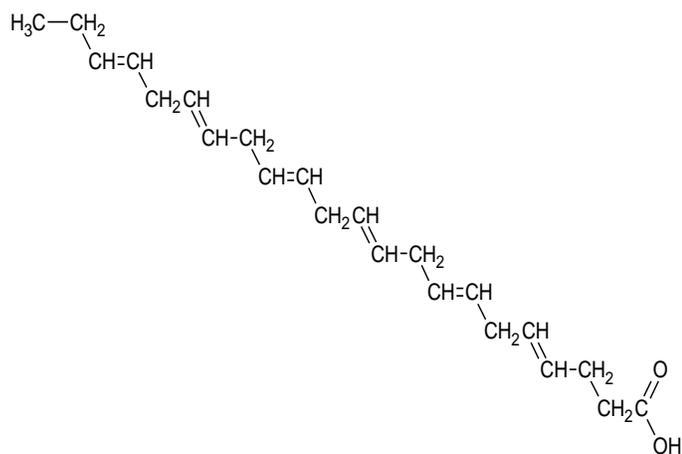
### 2.2.1 Asam Lemak Omega – 3

Asam lemak omega-3 merupakan golongan asam lemak tak jenuh ganda (Polyunsaturated Fatty Acid/PUFA) yang memiliki ikatan rangkap pada karbon nomor 3 dihitung dari ujung gugus metal ( $CH_3$ ) atau karbon omega (Estiasih, 2009).

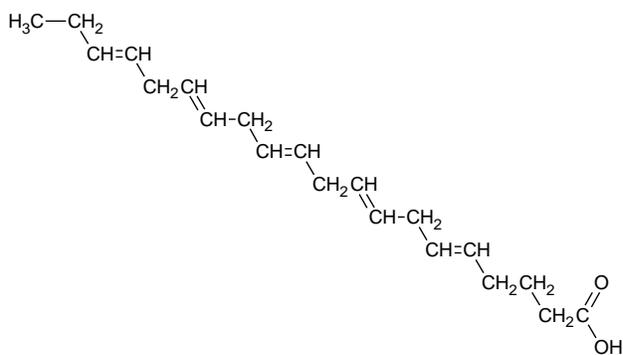
Karena ikatan rangkap terletak pada atom C dari gugus omega-3, maka disebut asam lemak omega-3. Asam lemak omega-3 berasal dari beragam jenis ikan semisal lemuru, tuna, cakalang, kembung, makarel, herring, salem, bonito, dan sebagainya. Semua jenis ikan ini hidup dipermukaan laut. Kandungan asam lemak omega-3 pada ikan laut dipengaruhi oleh jenis makanannya (alga atau plankton), musim, dan daerah penangkapan ikan. Ikan yang ditangkap pada perairan dingin mengandung asam lemak omega-3 yang lebih tinggi dari pada ikan yang ditangkap di perairan tropis (Eskin, 2002).

Asam lemak omega-3 bersifat tidak jenuh oleh karena itu asam lemak ini berwujud cair pada suhu ruang. Asam lemak ini sangat mudah teroksidasi karena jumlah ikatan rangkapnya yang banyak sehingga bersifat tidak stabil. Semua jenis asam lemak omega-3 merupakan asam lemak non-essensial, kecuali  $\alpha$ -linolenat. Hal ini karena tubuh manusia dapat mensintesis asam lemak omega-tiga dari asam linolenat melalui proses desaturasi dan olengasi rantai asam lemak. Namun, beberapa ahli menggolongkan asam lemak EPA dan DHA sebagai asam lemak essensial karena meskipun tubuh berjalan sangat lembut. Hal ini disebabkan enzim 6-dosaturase yang merupakan enzim pembatas, dimana asam linoleat dan linolenat berkompetisi dengan enzim ini. Sementara asam linolenat merupakan substrat yang lebih disukai oleh enzim ini, sehingga sintesis EPA dan DHA dari asam linolenat menjadi terhambat (Estiasih, 2009).

Asam lemak omega-3 adalah asam lemak yang memiliki posisi ikatan rangkap pertama pada atom karbon nomor tiga dari ujung gugus metil ( $\text{CH}_3$ ). Asam-asam lemak alami yang termasuk kelompok asam lemak omega-3 adalah *Eicosapentaenoic acid* ( $\text{C}_{20}:5$ ) atau EPA dan *Docosahexaenoic acid* ( $\text{C}_{22}:6$ ) atau DHA (Ackman,1982). Rumus molekul EPA dan DHA dapat dilihat pada Gambar 2.3.



a. *cis*-5,8,11,14,17-*eicosapentaenoic acid* ( $\text{C}_{20}:5$ )



b. *cis*-4,7,10,13,16,19-*docosahexanoic acid* ( $\text{C}_{22}:6$ )

Gambar 2.3 Rumus molekul EPA dan DHA

Adanya ikatan rangkap seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, menyebabkan asam lemak tersebut mudah mengalami oksidasi. Proses oksidasi berlangsung jika terjadi kontak antara oksigen dengan lemak. Oksidasi dipercepat oleh adanya logam (Fe, Cu) dan sistem oksidasi seperti adanya katalis organik yang labil terhadap panas (Gustone dan Noris, 1983).

Ikan memiliki kandungan asam lemak yang berbeda, kandungan asam lemak pada ikan dipengaruhi oleh jenis makanan, musim, dan daerah penangkapan ikan. Ikan yang ditangkap pada perairan dingin mengandung asam lemak omega-3 yang lebih tinggi daripada ikan yang ditangkap diperairan tropis (Eskin, 2002). Profil Asam Lemak dari Minyak Ikan Hasil Samping pengalengan dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Profil asam lemak dari minyak ikan

Jenis Asam Lemak	Nama Senyawa	Jumlah (%)
C16:0	Asam Heksadekanoat	13,3
C18:0	Asam Oktadekanoat	2,9
C18:1 $\omega$ 9	Asam 9-Oktadekanoat	25,2
C18:2 $\omega$ 6	Asam 10,13-oktadekanoat	2,3
C18:3 $\omega$ 3	Asam 10,13,16-oktadekanoat	0,4
C18:4 $\omega$ 6	Asam 4,7,10,13-oktadekanoat	1,4
C20:1 $\omega$ 9	Asam 11-eikosenoat	9,2
C20:4 $\omega$ 6	Asam 5,8,11,14-eikosatetraenoat	3,1
C20:5 $\omega$ 3	Asam 5,8,11,4,17-eikosapentaenoat	9,2
C22:1 $\omega$ 9	13-dokosenoat	6,6
C22:5 $\omega$ 3	4,7,10,13,16,-dokosapentaenoat	3,4
C22:6 $\omega$ 3	4,7,10,13,16,19- dokosaheктаenoat	7,3

Sumber: Edward (1967)

Berdasarkan Tabel 2.1 dapat dilihat bahwa asam lemak penyusun minyak ikan mengandung asam lemak omega-3 dalam jumlah besar. Keuntungan mengkonsumsi minyak ikan yang mengandung asam lemak omega-3 adalah dapat menurunkan kadar kolesterol, dimana kolesterol tersebut dibuat oleh tubuh dari asam-asam lemak jenuh yang berasal dari diet. Kolesterol plasma merupakan salah satu penyebab penyakit jantung koroner. Substitusi asam lemak tidak jenuh, khususnya omega-3 akan mengurangi kolesterol dalam darah (Andersen,1995).

### 2.3 Mutu Minyak Ikan

Minyak ikan kasar yang diperoleh dari proses ekstraksi harus bermutu baik. Panduan mutu minyak ikan kasar dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Panduan Mutu Minyak Ikan Kasar

Komponen	Kadar
Air dan kotoran (%)	0,5-1
Asam lemak bebas, % oleat	1,7 biasanya 2-5
Bilangan Peroksida, mek/kg	3-20
Bilangan Anisidin	4-60
Bilangan Totoks	10-60
Bilangan Iodin	
• Ikan Capelin	95-160
• Ikan haring	115-160
• Ikan menhaden	120-200
• Ikan sardine	160-200
• Ikan anchovy	180-200
• Ikan jack mackerel	160-190
• Ikan lele laut	150-190
Warna, standart Gardner	<14
Besi, ppm	0,5-7,0
Tembaga, ppm	<0,3
Fosforus, ppm	5-100

Young (1986)

Tabel 2.2 mendeskripsikan panduan mutu minyak ikan layak konsumsi. Minyak ikan yang dihasilkan untuk mendapatkan mutu yang baik dimurnikan lebih lanjut. Pemurnian bertujuan menghasilkan minyak ikan yang layak konsumsi.

#### 2.4 Pemurnian Minyak Ikan

Minyak yang diperoleh dari proses pengolahan ikan ini berwarna coklat dan menimbulkan bau tidak enak. Hal ini dimungkinkan karena minyak masih mengandung banyak kotoran. Menurut Irianto (2002), Kotoran pada minyak ikan dapat dikelompokkan menjadi tiga, yaitu:

- Kotoran yang tidak larut dalam minyak (kotoran fisik, air dan protein).
- Kotoran yang berbentuk suspensi koloid dalam minyak (fosfatida dan karbohidrat)
- Kotoran yang terlarut dalam minyak (asam lemak bebas, pigmen, mono dan digliserida, senyawa hasil oksidasi, logam dan bahan-bahan yang tak tersabunkan).

Minyak ikan yang bermutu baik dan layak konsumsi harus dimurnikan dari bahan-bahan atau kotoran yang terdapat didalamnya. Tahap pemurnian minyak antara lain: (1) pemisahan *gum* (*degumming*), yang bertujuan menghilangkan partikel-partikel halus yang tersuspensi atau berbentuk koloidal. Pemisahan ini dilakukan dengan pemanasan uap ; (2) netralisasi (*neutralization*) dengan alkali, bertujuan memisahkan senyawa-senyawa terlarut seperti fosfatida, asam lemak bebas, dan hidrokarbon; (3) pemucatan (*bleaching*), bertujuan menghilangkan zat-zat warna dalam minyak dengan penambahan adsorbing agent seperti arang aktif, tanah liat, atau dengan reaksi-reaksi kimia (Winarno, 1993).

Kondisi dari bahan mentah, proses dan produksi minyak mentah, serta metode proses pemurnian merupakan faktor penting yang mempengaruhi produksi minyak ikan. Kesalahan dalam pengolahan bahan mentah menyebabkan peningkatan kandungan asam lemak bebas, peningkatan level *gum* (getah), dan peningkatan

protein koloid serta bahan-bahan lainnya dalam minyak akan menyebabkan sulitnya tahap pemurnian minyak ikan.

#### 2.4.1 *Degumming*

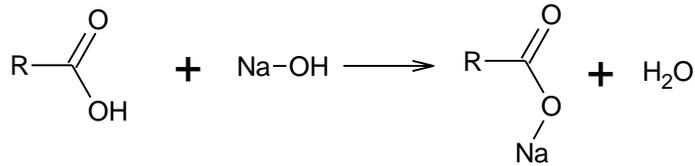
*Degumming* merupakan proses pemisahan kotoran yang berupa lendir yang terdiri dari fosfatida, sisa protein, karbohidrat, air dan resin, tanpa mengurangi jumlah asam lemak dalam minyak (Ketaren, 1986). Koagulasi kotoran yang terbentuk koloid lebih mudah dilakukan dengan menaikkan temperatur minyak sekitar 32.2-48.9°C selama setengah jam (Swern, 1979). Pada prakteknya pemisahan gum sering dilakukan pada suhu sekitar 80°C, 130-160°C atau 32-50°C dengan penambahan air panas. Selanjutnya minyak dipisahkan dari endapan kotoran dengan sentrifusi atau filter press.

Proses pemisahan *gum* (*degumming*) perlu dilakukan sebelum proses netralisasi, dengan alasan:

- a) Sabun yang terbentuk dari hasil reaksi asam lemak bebas dengan kaustik soda pada proses netralisasi akan menyerap *gum* (getah dan lendir) sehingga menghambat proses pemisahan sabun (*soap stock*) dari minyak.
- b) Netralisasi minyak yang masih mengandung gum akan menambah partikel emulsi dalam minyak sehingga mengurangi rendemen trigliserida (Ketaren,1986).

#### 2.4.2 Netralisasi

Netralisasi sebagai salah satu tahapan proses pemurnian yang bertujuan untuk menetralkan asam lemak bebas dan mengurangi *gum* yang masih tertinggal, memperbaiki rasa dan mengurangi warna gelap dari minyak tersebut (Swern, 1979). Netralisasi dilakukan dengan cara mereaksikan asam lemak bebas dengan basa atau pereaksi lainnya sehingga membentuk sabun. Reaksi penyabunan pada proses netralisasi dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Reaksi Penyabunan.

Sabun yang terbentuk pada reaksi yang terlihat pada Gambar 2.4 dapat membantu pemisahan zat warna dan kotoran seperti fosfatida dan protein dengan cara membentuk emulsi. Sabun atau emulsi ini dapat dipisahkan dari minyak dengan cara sentrifusi (Ketaren, 1986).

Menurut Swern (1979), netralisasi dengan alkali terutama dengan NaOH sering dilakukan pada industri minyak, karena lebih efisien dan lebih murah. Proses ini dilakukan dengan menyabunkan asam lemak bebas dengan larutan NaOH dalam air diikuti dengan pencucian. Jumlah larutan NaOH yang digunakan sebesar 5-10 persen dari berat minyak (Bernardini, 1983). Penentuan konsentrasi larutan basa yang digunakan didasarkan pada kandungan asam lemak bebasnya. Makin tinggi kandungan asam lemak bebas makin banyak jumlah basa yang diperlukan. Tetapi penggunaan basa yang terlalu tinggi menyebabkan makin banyak trigliserida yang tersabunkan, sedangkan konsentrasi basa yang rendah menyebabkan makin banyak emulsi sabun dalam minyak, sehingga akan menurunkan rendemen minyak (Swern, 1979). Menurut Thieme (1968), Natrium Hidroksida yang digunakan dalam proses netralisasi adalah dalam bentuk larutan dengan konsentrasi antara 10-20<sup>o</sup> Be. Reaksi penyabunan dilakukan pada suhu 60-65<sup>o</sup> C, dan dapat juga digunakan suhu yang lebih tinggi hingga 98<sup>o</sup> C.

#### 2.4.3 Bleaching

Pemucatan merupakan suatu proses pemurnian minyak yang bertujuan untuk menghilangkan atau memucatkan warna yang tidak disukai dalam minyak. Menurut

Ketaren (1986), zat warna dalam minyak terdiri dari zat warna alami dan zat warna hasil degradasi. Zat warna alami terdapat di dalam minyak secara alami dan ikut terekstrak bersamaan proses ekstraksi minyak. Zat warna itu ialah karoten, xanthofil, klorofil, gossypol dan antocianin. Zat warna ini menyebabkan minyak berwarna kuning, kuning kecoklatan, kehijau-hijauan dan kemerah-merahan. Sedangkan zat warna degradasi umumnya memiliki warna yang gelap yang disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu :

1. Suhu pemanasan yang terlalu tinggi pada saat proses pengepresan secara mekanis, sehingga sebagian minyak teroksidasi. Selain itu minyak dalam keadaan panas akan mengekstraksi zat warna yang terdapat dalam bahan tersebut.
2. Pengepresan bahan yang mengandung minyak dengan tekanan dan suhu yang tinggi akan menghasilkan minyak dengan warna yang lebih gelap.
3. Ekstraksi minyak dengan pelarut organik tertentu, misalnya pelarut petroleum benzene akan menghasilkan minyak yang lebih jernih dibandingkan minyak yang diekstraksi dengan pelarut etilen dan benzol.
4. Logam seperti Cu, Fe dan Mn akan menimbulkan warna yang tidak diinginkan dalam minyak.
5. Oksidasi terhadap fraksi tidak tersabunkan dalam minyak terutama oksidasi tokoferol dan khroman 5,6 quinon menghasilkan warna kecoklatan.

Proses pemucatan ini didahului oleh pengeringan minyak untuk mengeluarkan uap air yang masih terdapat di dalam minyak atau lemak. Proses pemucatan sering dilakukan dengan menggunakan adsorben yang akan menyerap zat warna dalam minyak. Pada proses ini sabun yang tertinggal, komponen logam dan peroksida dapat dipisahkan dengan baik, sedangkan kandungan asam lemak bebas akan bertambah secara lambat (Swern, 1979). Peristiwa adsorpsi (penyerapan), dapat terjadi bila dua fasa bergabung sehingga terjadi suatu proses dimana molekul dari satu fasa melekat pada permukaan fasa yang lain. Kedua fasa tersebut dapat berupa fasa cair dengan

fasa cair, fasa cair dengan fasa gas, fasa cair dengan fasa padat, atau fasa gas dengan fasa padat.

Bahan pemucat (*bleaching agents*) merupakan suatu bahan yang dapat memucatkan atau memudarkan warna suatu substrat melalui proses fisika dan kimia. Proses ini melibatkan proses oksidasi, reduksi atau adsorpsi yang membuat bagian-bagian yang berwarna pada substrat menjadi lebih larut atau diserap sehingga mudah dihilangkan selama pemucatan. Pemucatan dapat pula melibatkan proses kimia yang mengubah kemampuan bagian molekul berwarna untuk menyerap cahaya, yaitu dengan mengubah derajat ketidakjenuhan (Kirk dan Othmer, 1985).

Proses *bleaching* juga bisa mencegah kerusakan minyak karena selain zat warna, *bleaching earth* juga dapat mengadsorpsi pengotor-pengotor lain seperti, sejumlah kecil logam, dan pengotor hasil oksidasi minyak yang biasanya berwarna gelap. Proses *bleaching* dengan menggunakan *bleaching earth* memiliki kelemahan karena banyak sekali zat-zat yang justru diperlukan seperti  $\beta$ -karoten maupun vitamin E yang ikut teradsorpsi oleh *bleaching earth*. Pemucatan dilakukan dengan cara mencampur minyak dengan sejumlah kecil adsorben seperti tanah pemucat (*bleaching earth*), arang (*bleaching carbon*) atau dapat juga menggunakan bahan kimia (Ketaren, 1986).

Jumlah adsorben yang dibutuhkan untuk menghilangkan warna minyak tergantung dari macam dan tipe warna dalam minyak dan sampai berapa jauh warna tersebut akan dihilangkan. Daya penyerapan terhadap warna akan lebih efektif jika adsorben tersebut memiliki bobot jenis rendah, kadar air tinggi, ukuran partikel halus dan pH adsorben mendekati netral.

Jenis adsorben yang banyak digunakan dalam aplikasi *bleaching* (pemucatan/penjernihan) minyak adalah *Bleaching earth*. Bahan pemucat ini merupakan sejenis tanah yang memiliki warna dasar putih dengan sedikit kecoklatan atau kemerahan atau kehijauan tergantung dari jenis dan jumlah mineral-mineralnya. Selain itu *bleaching earth* bersifat sangat lunak, ringan, mudah pecah. terasa seperti

sabun. mudah menyerap air dan dapat melakukan pertukaran ion. Senyawa penyusun utamanya adalah  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , serta ion kalsium, magnesium, oksida, dan besi oksida (Ketaren, 1986).

Daya pemucat *bleaching earth* disebabkan karena ion  $\text{Al}^{3+}$  pada permukaan partikel adsorben dapat mengadsorpsi partikel zat warna. Daya permukaan tersebut tergantung dari perbandingan komponen  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dalam *bleaching earth*. Adsorben yang terlalu kering menyebabkan daya kombinasinya dengan air telah hilang. Sehingga mengurangi daya penyerapan terhadap zat warna (Ketaren, 1986).

## **2.5 Analisis Sifat Fisik dan Kimia Minyak**

Analisis sifat fisik dan kimia minyak atau lemak selain bertujuan untuk mengetahui mutu minyak atau lemak juga dapat mengetahui tingkat kerusakan minyak selama penanganan, penyimpanan maupun aplikasi minyak dalam proses pengolahan. Beberapa parameter yang digunakan dalam penelitian ini untuk menentukan sifat fisika minyak antara lain berat jenis dan titik keruh. Sedangkan parameter yang digunakan untuk menentukan sifat kimia minyak antarlain: Bilangan iodium, bilangan peroksida, kadar ALB, dan bilangan penyabunan.

### **2.5.1 Analisis Sifat Fisik Minyak**

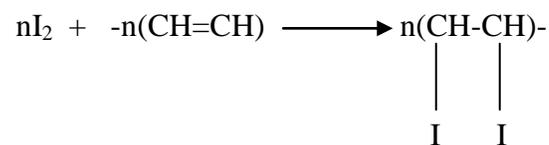
#### **as. Titik Keruh**

Pengujian titik keruh dilakukan untuk mengetahui adanya pengotoran oleh bahan asing atau pencampuran minyak. Titik kekeruhan ini ditetapkan dengan cara mendinginkan campuran minyak atau lemak dengan pelarut lemak, seperti diketahui minyak atau lemak kekeruhannya terbatas. Temperatur pada waktu mulai terjadi kekeruhan, dikenal sebagai titik kekeruhan. Pengujian ini dinamakan uji Crismer atau valenta (Ketaren, 1986).

## 2.5.2 Analisis Sifat Kimia Minyak

### a. Bilangan Iod

Bilangan iodin dinyatakan sebagai jumlah gram iod yang diserap oleh 100 g minyak atau lemak pada kondisi pengujian yang digunakan (Andarwulan *et al*, 2011). Nilai yang didapat menunjukkan derajat ketidakjenuhan lipid. Gliserida tak jenuh lemak atau minyak mempunyai kemampuan mengabsorpsi sejumlah iodium, khususnya apabila dibantu dengan suatu *carrier* seperti iodin klorida atau iodin bromid, membentuk suatu senyawa yang jenuh, dengan kata lain iodium mampu mengadisi ikatan rangkap pada gliserida tidak jenuh. Reaksi adisi antara iodium dengan lemak tidak jenuh dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 2.5 Reaksi adisi ikatan rangkap pada asam lemak tidak jenuh oleh senyawa iodium

Jumlah iod yang diabsorpsi menunjukkan derajat ketidakjenuhan lemak/minyak, semakin banyak iodium yang diserap maka semakin banyak ikatan rangkap atau semakin tidak jenuh minyak atau lemak tersebut. Bilangan iod dapat menyatakan derajat ketidak jenuhan dari minyak atau lemak dan dapat juga dipergunakan untuk menggolongkan jenis minyak “pengering” dan minyak “bukan pengering”. Minyak”pengering” mempunyai bilangan iod yang lebih dari 130 bersifat setengah mongering. Jenis minyak pengering (drying oil) adalah minyak yang mempunyai sifat dapat mengering jika terkena oksidasi, dan akan berubah menjadi lapisan tebal, bersifat kental dan membentuk sejenis selaput jika dibiarkan di udara terbuka. Istilah minyak “setengah mongering” berupa minyak yang mempunyai daya mongering lebih lambat (Ketaren, 1986).

Bilangan iodin juga berguna sebagai penunjuk bentuk dari minyak atau lemak, lemak dengan bilangan iodin yang tinggi biasanya berwujud cair, sedangkan

yang memiliki bilangan iodin yang rendah biasanya berwujud padat. Selama proses produksi lemak atau minyak, dengan meningkatnya proses hidrogenasi, bilangan iodin menurun (Lawson, 1985).

#### Metode Penentuan Bilangan Iodin

- Metode Wijs

Prinsip penentuan bilangan iodine dengan metode wijs adalah: Penambahan larutan iodine monoklorida dalam campuran asam asetat dan karbon tetraklorida kedalam sejumlah sampel yang akan diuji. Setelah waktu standar untuk reaksi, penentuan dari halogen yang berlebih dengan penambahan larutan kalium iodide dan iodine yang dibebaskan dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat yang telah distandarisasi (Paquot, 1987). Larutan wijs terdiri dari larutan 16 g iod monoklorida dalam 1000 ml asam asetat glacial. Larutan ini sangat peka terhadap cahaya dan panas serta udara, sehingga harus disimpan ditempat yang gelap, sejuk dan tertutup (Ketaren, 1986).

- Metode Hanus

Prinsip penentuan bilangan iodine dengan cara Hanus adalah dengan penambahan larutan iodine bromide dalam campuran asam asetat dan karbon tetraklorida kedalam jumlah tertentu sampel. Setelah waktu reaksi standar, penentuan dari kelebihan halogen dengan penambahan larutan kalium iodide dan iodine yang dibebaskan dititrasi dengan larutan standart natrium thiosulfat (Paquot, 1987).

#### b. Bilangan Asam Lemak Bebas

Bilangan yang menunjukkan jumlah asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak atau lemak yang biasanya dihubungkan dengan proses hidrolisis minyak atau lemak. Hidrolisis minyak atau lemak oleh air pada ikatan ester trigliserida akan menghasilkan asam lemak bebas. Keberadaan asam lemak bebas ini

biasanya dijadikan indikator awal terjadinya kerusakan minyak ikan minyak atau lemak. Asam lemak bebas lebih mudah teroksidasi jika dibandingkan dalam bentuk esternya.

### c. Bilangan Peroksida

Bilangan peroksida adalah nilai terpenting untuk menentukan derajat kerusakan pada minyak atau lemak. Asam lemak tidak jenuh dapat mengikat oksigen pada ikatan rangkapnya sehingga membentuk peroksida. Peroksida yaitu produk awal dari reaksi oksidasi yang bersifat labil, reaksi ini dapat berlangsung bila terjadi kontak antara oksigen dengan minyak (Ketaren, 1986).

Oksidasi terjadi pada ikatan tidak jenuh dalam asam lemak. Pada suhu kamar sampai dengan suhu 100°C, setiap satu ikatan tidak jenuh mengikat 2 atom oksigen, sehingga terbentuk persenyawaan peroksida yang bersifat labil. Proses pembentukan peroksida ini dipercepat oleh adanya cahaya, suasana asam, kelembapan udara dan katalis. Jumlah peroksida dalam bahan jika lebih besar dari 100 meq/kg akan bersifat sangat beracun dan tidak dapat dikonsumsi, disamping itu bahan tersebut mempunyai bahan yang tidak enak. Bilangan peroksida dinyatakan dengan miliequivalen peroksida dalam 1000 gram. Metode yang digunakan dalam menentukan angka peroksida menggunakan metode titrasi iodine dengan indikator pati (Sudarmadji, 1976).

Raharjo (2006) menyatakan bahwa kadar peroksida terbentuk pada tahap awal reaksi oksidasi lemak. Pengukuran dilakukan dengan titrasi menggunakan larutan iod dan dinyatakan sebagai miliequivalen (meq) peroksida per kg minyak. Kadar peroksida bisa terakumulasi cukup tinggi, cepat terdegradasi dan bereaksi dengan zat lain, maka besarnya angka peroksida harus ditentukan dengan hati-hati. Angka peroksida tinggi diindikasikan bahwa minyak sudah mengalami oksidasi sedangkan angka peroksida rendah disebabkan laju pembentukan peroksida baru lebih kecil

dibandingkan dengan laju degradasinya menjadi senyawa lain. Angka peroksida harus dilakukan pengukuran beberapa kali dalam interval waktu tertentu.

Penentuan yang paling banyak digunakan adalah menggunakan metode titrasi iodin dengan cara melarutkan minyak dalam larutan asam asetat-kloroform, kemudian ditambahkan larutan KI jenuh dan didiamkan selama 1 menit, selanjutnya ditambahkan aquades. Campuran dititrasi dengan natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) sampai warna kuning hampir hilang. Titrasi dihentikan untuk menambahkan indikator pati (amilum) sampai warna larutan menjadi biru, titrasi dilanjutkan kembali sampai warna biru hilang. Khopkar (2003), menjelaskan bahwa kompleks iodium-amilum mempunyai kelarutan yang kecil dalam air sehingga penambahan dilakukan pada titik akhir titrasi. Pada pelarutan sejumlah minyak ke dalam campuran asetat kloroform yang mengandung KI, akan terjadi pelepasan iodin ( $\text{I}_2$ ). Iodin bebas dititrasi dengan natrium thiosulfat menggunakan indikator amilum sampai warna biru hilang (Sudarmadji, 2007).

#### d. Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan dapat dilakukan untuk menentukan berat molekul minyak dan lemak secara kasar. Minyak yang disusun asam lemak berantai C pendek berarti mempunyai berat molekul relatif kecil, akan mempunyai angka penyabunan yang besar dan sebaliknya, minyak dengan berat molekul yang besar mempunyai angka penyabunan relatif kecil (Ketaren, 1986).

### 2.5.3 Analisis Asam Lemak Dengan Kromatografi Gas Spektrofotometri Massa

#### ( KG-SM )

Analisis komposisi asam lemak dilakukan dengan kromatografi gas (KG). Kromatografi Gas merupakan suatu teknik pemisahan senyawa yang didasarkan pada distribusi antara dua fase (fase diam dan fase gerak). Kromatografi Gas dapat digunakan untuk analisis asam lemak, baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Analisis kualitatif berarti penentuan sifat-sifat dari suatu komponen atau campuran kamponennya.

Identifikasi dan penentuan kuantitatif asam lemak didasarkan pada kromatogram yang diperoleh. Asam lemak yang beratom C sedikit akan muncul terlebih dahulu, diikuti oleh asam-asam lemak dengan jumlah atom C yang lebih besar secara berurutan. Apabila mengandung ikatan rangkap, satu ikatan rangkap akan keluar lebih awal, baru kemudian diikuti dengan jumlah ikatan rangkapnya lebih banyak. Sebagai pembanding digunakan eksternal asam-asam lemak berbentuk metil ester yang telah diketahui, sesuai dari jenis fase diam dan fase geraknya.

Hasil dari kromatografi gas (KG) dinyatakan dengan parameter waktu retensi (Rt) yaitu waktu yang digunakan untuk mengelusi komponen cuplikan sampai menghasilkan kromatogram (Sastrohamidjojo, 1985) Prinsip kerja Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM) yaitu, cuplikan diinjeksikan kedalam injektor. Aliran gas dari gas pengangkut akan membawa cuplikan yang telah teruapkan masuk kedalam kolom. Kolom akan memisahkan komponen-komponen dari cuplikan. Komponen komponen tersebut terelusi sesuai dengan urutan semakin membesarnya nilai koefisien partisi (K), selanjutnya masuk dalam spektrofotometer massa (MS). Pada spektroskopi massa komponen cuplikan ditembaki dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-ion muatan positif yang bertenaga tinggi (ion-ion molekuler atau ion-ion induk) dan dapat pecah menjadi ion-ion yang lebih kecil (ion-ion anak pecahan atau ion-ion induk), lepasnya elektron dari molekul /komponen-komponen menghasilkan radikal kation. Ion-ion molekuler, ion-ion pecahan, dan ion-ion radikal pecahan dipisahkan oleh ion pembelokan dalam medan magnet yang berubah sesuai dengan massa dan muatannya. Perubahan tersebut menimbulkan arus (arus ion) pada kolektor yang sebanding dengan limpahan relatifnya. Kemudian dicatat sebagai spektra massa yang merupakan gambaran antara limpahan relatif dengan rasio massa/muatan ( $m/e$ ) (Sastrohamidjojo, 1985).

## BAB 3. METODOLOGI PERCOBAAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Pelaksanaan penelitian berlangsung bulan Desember 2011 sampai Mei 2012.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### 3.2.1 Alat

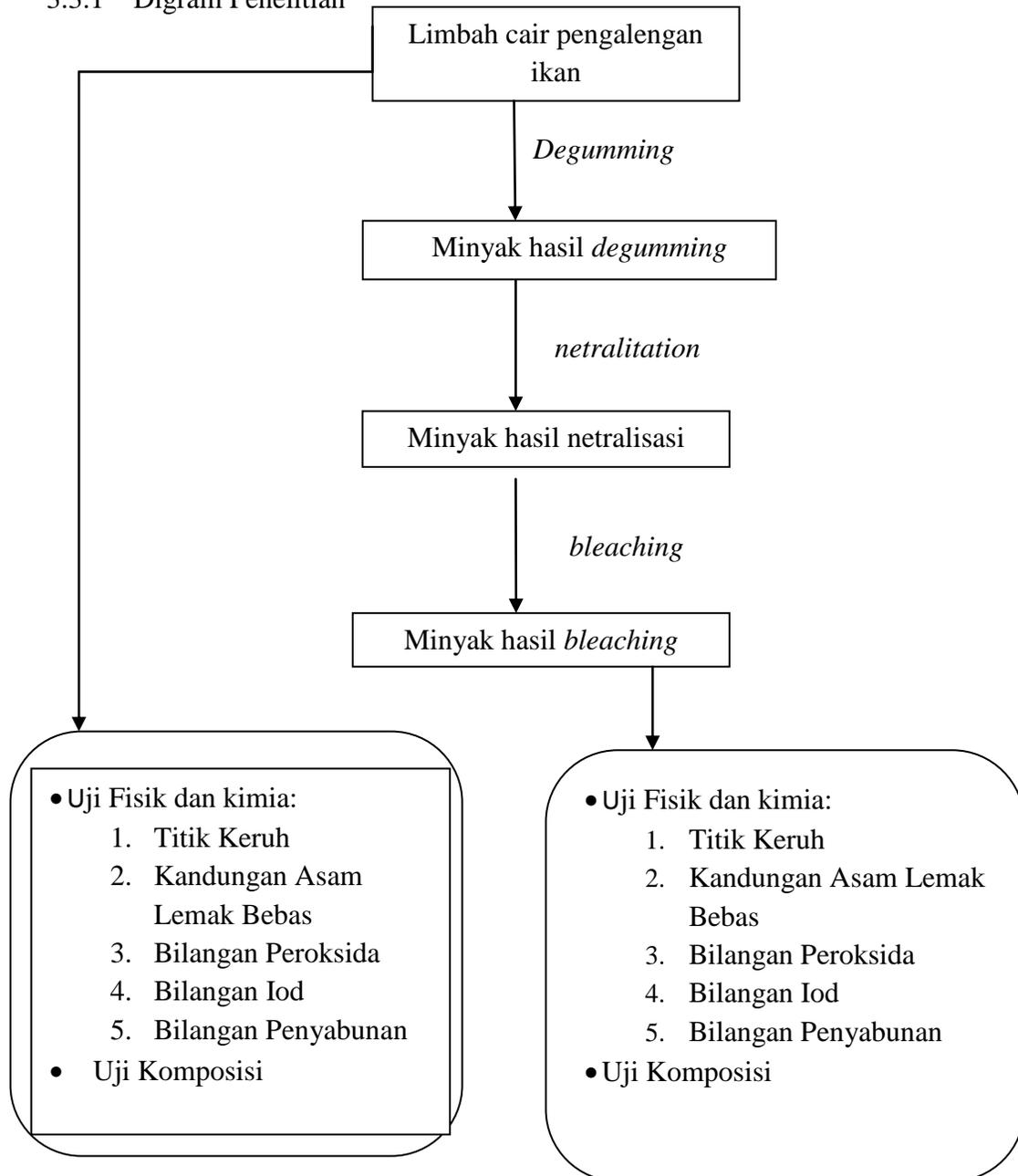
Penangas, pengaduk/spatula, erlenmeyer, pipet tetes, gelas piala, hot plat, stirer, oven, neraca analitik, thermometer, pipet volum, pipet mohr, tissue, dan seperangkat alat kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM).

#### 3.2.2 Bahan

- Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak ikan yang diperoleh dari PT. Maya Muncar. Minyak ini adalah hasil samping dari proses pengolahan ikan yang terbuang bersama limbah ke saluran pembuangan.
- Bahan Kimia  
Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah aquades, larutan NaOH, *bleaching earth*, asam asetat, kloroform, larutan KI jenuh, larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, larutan KOH, reagen Iodium Bromida, larutan HCl indikator amilum, dan indikator phenolptalein.

### 3.3 Rancangan Penelitian

#### 3.3.1 Digram Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Penelitian

### 3.4 Prosedur Percobaan

#### 3.4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini diambil dari limbah cair yang dihasilkan dari proses pengalengan ikan. Limbah cair tersebut ditampung dalam suatu bak, sehingga limbah minyak ikan terpisah dari air. Limbah minyak ikan tersebut diambil dan disimpan dalam jangka waktu 1 hari, 2 hari, dan 3 hari.

#### 3.4.2 *Degumming*

Limbah minyak ikan ditimbang dan dipanaskan sampai suhu 50°C dan 70°C. Setelah itu dimasukkan ke dalam labu pemisah dan ditambahkan aquades hangat sebanyak 15% dari volume minyak, kemudian didiamkan selama 10 menit. Setelah itu minyak dipisahkan dari kotoran dan air.

#### 3.4.3 Netralisasi

Minyak hasil proses *degumming* dihitung kadar asam lemak bebasnya. Ditimbang dan dipanaskan sampai suhunya 70°C kemudian ditambahkan sejumlah larutan NaOH sesuai perhitungan (lampiran A) dan diaduk dengan stirer selama 15 menit. Setelah itu minyak dimasukkan ke dalam labu pemisah lalu dicuci dengan aquades hangat sebanyak 5 persen dari berat minyak. Setelah terbentuk tiga lapisan pada minyak yaitu minyak, sabun dan air maka dipisahkan sabun dan airnya dari minyak,.

#### 3.4.4 Pemucatan (*Bleaching*)

Minyak hasil netralisasi ditimbang dan dipanaskan sampai suhunya 90°C. Kemudian ditambahkan *bleaching earth* sebanyak 1 % dari bobot minyak dan diaduk selama 5 menit. Setelah teraduk rata, minyak disaring dengan kertas *whatman 42*. Setelah didapatkan minyak murni kemudian dilakukan karakterisasi.

### 3.4.5 Pengujian sifat fisika

#### a. Titik Keruh

Minyak dan Lemak dimasukkan kedalam gelas piala yang berisi asam asetat atau alkohol. Dalam pelarut ini minyak dan lemak hanya sedikit melarut, dan dengan pemanasan maka akan larut dengan sempurna membentuk larutan yang jernih. Larutan ini kemudian didinginkan perlahan-lahan sampai mulai menghablur. Suhu dimana mulai terlihat adanya Kristal-kristal halus lemak dicatat dan dinyatakan sebagai “turbidy point” atau biasa disebut dengan titik kritis atau titik kekeruhan (Ketaren, 1986).

### 3.4.6 Pengujian Sifat Kimia

#### a. Bilangan Iod

Penentuan bilangan iod dilakukan dengan mengambil sampel sebanyak 0,5 g dimasukan dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 ml kloroform dan 25 ml pereaksi Hanus (lampiran H), dibiarkan di ruang gelap selama 30 menit sambil sekali-kali dikocok, setelah reaksi sempurna ditambahkan 10 ml KI 15% (lampiran H) dan Erlenmeyer dibilas dengan 100 ml akuades, kemudian dititrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N (lampiran H) sampai warna kuning pekat hilang. Tambahkan indikator pati 2 ml. Titrasi dilanjutkan hingga terjadi perubahan warna biru menjadi tidak berwarna atau putih. Perhitungan bilangan iod sebagai berikut:

$$\text{Bilangan Iod} : \frac{\text{ml titrasi (blangko - sampel)}}{\text{berat sampel (gram)}} \times N \text{ thio} \times 12,69$$

Analisis terhadap blanko dilakukan dengan cara yang sama. Sampel diganti dengan aquades sebagai blanko (Sudarmadji dkk, 1976).

b. Bilangan Peroksida

Analisa bilangan peroksida dilakukan dengan menimbang 5 gram minyak dan dimasukkan dalam Erlenmeyer 250 ml, kemudian ditambahkan 30 ml pelarut 6:4 (asam asetat dan kloroform), kemudian dikocok sampai semua minyak larut, lalu ditambahkan 0,5 ml KI jenuh, didiamkan selama 2 menit pada ruang gelap dan sesekali dikocok, kemudian ditambahkan 30 ml akuades, dan 0,5 ml larutan pati 1% (lampiran H), lalu di titrasi dengan sodium tiosulfat 0,01N (lampiran H) sampai warna biru hilang.

$$\text{Bilangan Peroksida} = \frac{\text{ml titran (conto h-blanko)} \times N_{\text{thio}} \times 8 \times 100}{\text{berat sampel (gram)}}$$

(AOAC, 1984)

c. Kadar ALB

Sebanyak 10 gram minyak ditambahkan 25 ml alkohol kedalam erlenmeyer 200 ml, dipanaskan di dalam penangas air selama 10 menit, kemudian campuran tersebut ditetesi indikator PP sebanyak 2 tetes. Setelah itu campuran tersebut dikocok dan dititrasi dengan KOH 0.1 N hingga timbul warna pink dan tidak hilang dalam 10 detik.

$$\% \text{ALB} = \frac{A \times N \times M}{G \times 1000} \times 100$$

A = Jumlah titrasi KOH (ml)

N = Normalitas KOH

G = berat sampel (gram)

M = Berat molekul asam lemak dominan (Asam Clupanodoat = 330 untuk minyak lemuru).

(Sudarmadji dkk, 1976)

d. Bilangan Penyabunan

Sebanyak 5 gram minyak murni dimasukan dalam Erlenmeyer 200 ml, kemudian ditambahkan 50 ml KOH 0,5N, dididihkan sampai minyak dan KOH tersabunkan kemudian didinginkan dan ditambahkan indikator pp (lampiran H), kemudian dititrasi dengan 0,5 N HCl (lampiran H).

$$\text{Bilangan Penyabunan} : \frac{(\text{titrasi blangko} - \text{titrasi sampel}) \times \text{NHCL} \times \text{BM KOH}}{\text{berat sampel (g)}}$$

(Ketaren, 1986)

### 3.4.7 Uji Komposisi Asam Lemak

Untuk mengetahui komposisi asam lemak yang ada pada minyak ikan menggunakan GC-MS.

## **BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN**

Limbah pengolahan ikan memiliki banyak kandungan minyak, air dan pengotor. Oleh sebab itu untuk mendapatkan minyak ikan layak konsumsi perlu dilakukan pemurnian. Pemurnian diawali dengan proses *degumming*. Proses *degumming* dilakukan dengan cara dehidrasi *gum* atau kotoran lain agar bahan tersebut lebih mudah terpisah dari minyak. Proses *degumming* ini dilakukan dengan mencampurkan air hangat yang memiliki suhu 30°C ke dalam minyak yang sudah dipanaskan. Penggunaan air hangat pada proses ini bertujuan untuk mempermudah pengikatan *gum* oleh air sehingga mudah dipisahkan dari minyak. Pada proses ini sampel dipanaskan pada suhu 50°C dan 70°C serta dilakukan pengadukan yang bertujuan untuk menghomogenkan sampel dan air panas sehingga minyak mudah terpisah oleh *gum*. Tahap kedua dari pemurnian adalah netralisasi. Netralisasi sebagai salah satu tahapan proses pemurnian yang bertujuan untuk menetralkan ALB, mengurangi *gum* yang masih tertinggal, memperbaiki rasa dan mengurangi warna gelap dari minyak tersebut (Swern, 1979). Tahap akhir pemurnian minyak adalah *bleaching* atau pemucatan. *Bleaching* bertujuan untuk memperbaiki warna minyak dan mengurangi kadar ALB yang masih tersisa dari proses netralisasi. Jenis adsorben yang digunakan adalah *bleaching earth* sebesar 1% dari berat minyak hasil netralisasi.

### **4.1. Karakteristik Fisik dan Kimia serta Komposisi Asam Lemak Dalam Limbah Pengalengan Ikan**

Karakteristik fisik dan kimia minyak selain bertujuan untuk mengetahui mutu minyak atau lemak juga dapat untuk mengetahui tingkat kerusakan minyak selama penanganan, penyimpanan maupun aplikasi minyak dalam proses pengolahan.

Parameter yang digunakan untuk menentukan sifat fisik minyak dalam penelitian ini adalah titik keruh, sedangkan parameter yang digunakan untuk menentukan sifat kimia minyak meliputi: bilangan iodium, bilangan peroksida, kadar ALB, dan bilangan penyabunan.

#### 4.1.1 Karakteristik Fisik dan Kimia

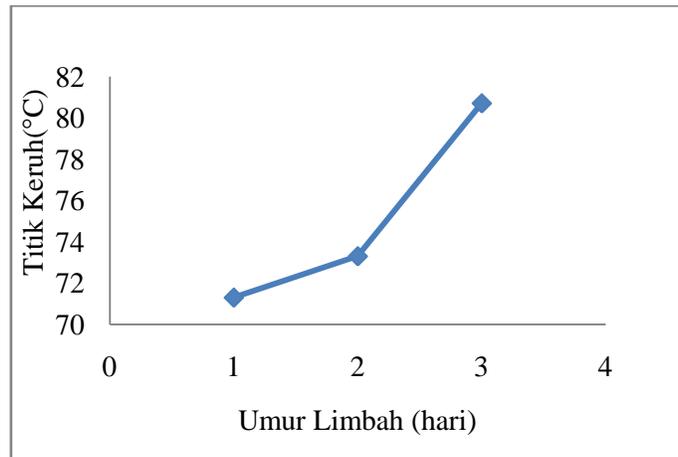
Karakteristik fisik dan kimia limbah pengalengan ikan dengan pengaruh variasi waktu simpan limbah pengalengan ikan disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Sifat fisik dan kimia limbah pengalengan ikan

Sampel Limbah	Titik Keruh (°C)	ALB (%)	Bilangan Peroksida (meq/kg)	Bilangan Penyabunan	Bilangan Iod (mg/100g)
Hari kesatu	71,3	3,75	14,40	107	104
Hari kedua	73,3	5,18	20,30	111	101
Hari ketiga	80,7	7,85	25,23	116	97

##### a. Titik Keruh

Pengujian titik keruh ini dilakukan untuk mengetahui adanya pengotoran oleh bahan asing atau pencampuran minyak. Titik keruh ini ditetapkan dengan memanaskan minyak yang telah ditambahkan pelarut hingga jernih kemudian didiamkan hingga terbentuk kekeruhan. Temperatur pada waktu mulai terjadi kekeruhan disebut titik keruh. Berdasarkan Tabel 4.1 dapat digambarkan Grafik untuk memperjelas kenaikan titik keruh limbah akibat waktu simpan yang disajikan dalam Gambar 4.1.

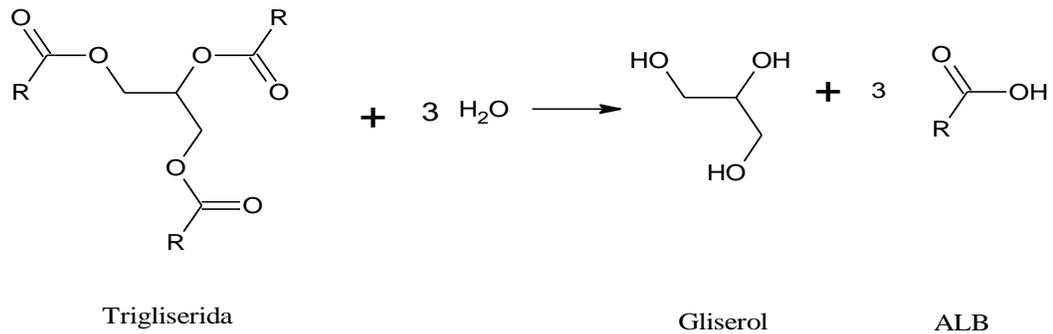


Gambar 4.1 Grafik titik keruh limbah pengalengan ikan

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa titik keruh limbah pengalengan ikan dipengaruhi oleh waktu simpan limbah. Semakin lama limbah disimpan, maka titik keruh minyak mengalami peningkatan. Hal ini terjadi karena semakin lama minyak disimpan, maka pengotor ataupun senyawa baru yang terbentuk akibat kerusakan minyak semakin besar.

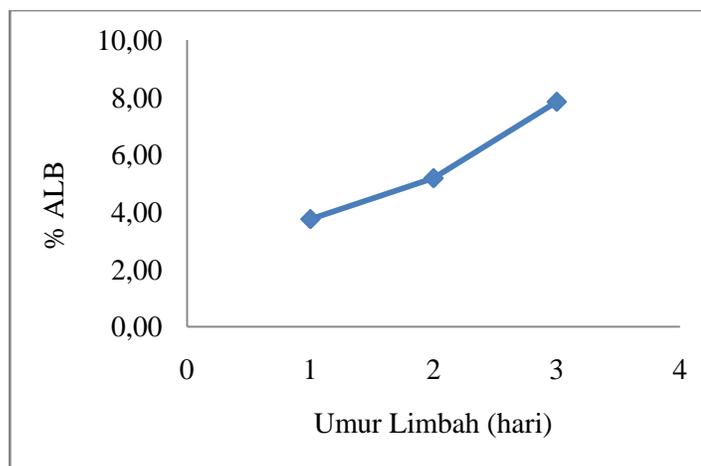
b. Asam Lemak Bebas

Analisa ALB bertujuan untuk menentukan jumlah ALB yang terkandung dalam minyak ikan. Keberadaan ALB ini dijadikan indikator awal terjadinya kerusakan pada minyak. Sejalan dengan meningkatnya titik keruh akibat penyimpanan yang lebih lama, ALB pun mengalami peningkatan. Peningkatan ALB ini disebabkan adanya proses hidrolisis. Reaksi Hidrolisis minyak dapat ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Reaksi Hidrolisis minyak

Berdasarkan Gambar 4.2 ALB terbentuk dari hidrolisis minyak oleh air. Semakin lama minyak mengalami reaksi hidrolisis, maka semakin banyak pula ALB yang terbentuk. Akibatnya minyak yang mengalami penyimpanan lama akan memiliki bau yang tidak sedap. Hasil uji kadar ALB disajikan dalam Gambar 4.3.

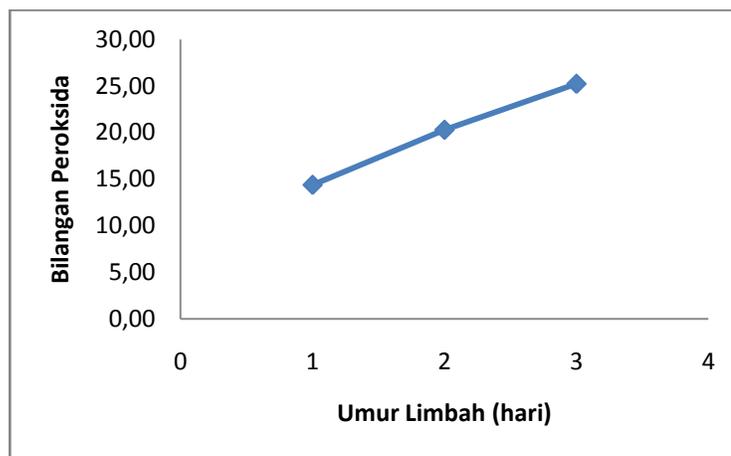


Gambar 4.3 Grafik kadar ALB limbah pengalengan ikan

Berdasarkan Gambar 4.3 nilai ALB limbah mengalami kenaikan dengan bertambahnya umur limbah. Hal ini disebabkan karena semakin lama limbah cair pengalengan ikan tersebut disimpan, maka semakin banyak juga ALB yang terbentuk akibat dari proses hidrolisis.

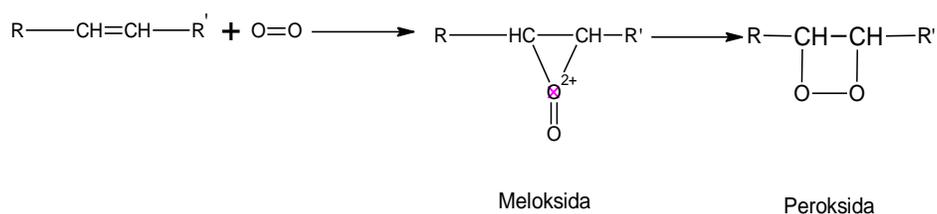
### c. Bilangan Peroksida

Bilangan peroksida adalah nilai terpenting untuk menentukan derajat kerusakan pada minyak. Menurut Nuri *et al.* (2011), ALB yang terdapat pada minyak dapat mempercepat proses oksidasi lemak karena oksidasi ALB dapat berlangsung baik secara enzimatis maupun non enzimatis. Bilangan Peroksida limbah akibat waktu simpan disajikan dalam Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik bilangan peroksida limbah pengalengan ikan.

Berdasarkan Gambar 4.4 bilangan peroksida minyak mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya umur minyak. Peningkatan bilangan peroksida ini disebabkan karena minyak mudah mengalami reaksi oksidasi jika terjadi kontak dengan oksigen. Reaksi oksidasi minyak dapat dilihat pada Gambar 4.5.

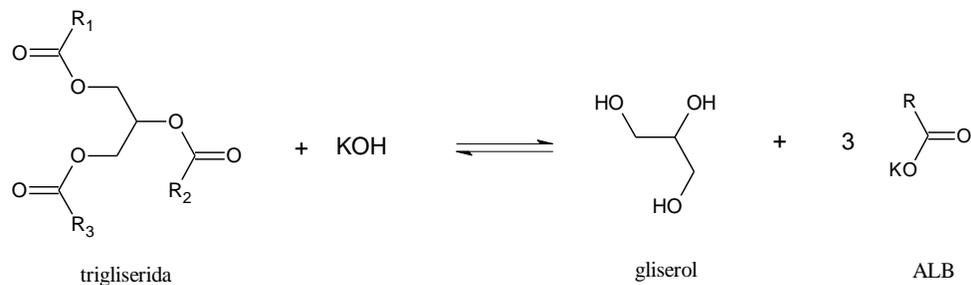


Gambar 4.5 Reaksi oksidasi pada minyak

Berdasarkan Gambar 4.5 reaksi peroksida dapat berlangsung jika terjadi kontak antara oksigen dengan minyak. Proses pembentukan peroksida ini dipercepat oleh adanya cahaya, suasana asam, kelembapan udara dan katalis. Peroksida dapat mempercepat proses timbulnya bau tengik dan flavor yang tidak dikehendaki dalam bahan pangan (Ketaren, 1986).

d. Bilangan Penyabunan

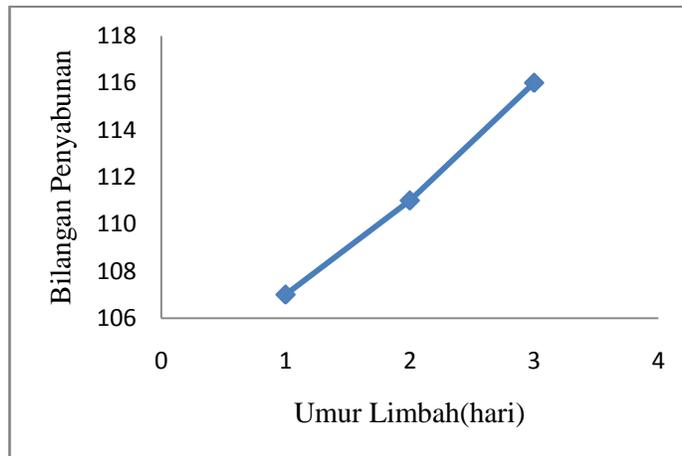
Bilangan Penyabunan ialah jumlah alkali yang dibutuhkan untuk menyabunkan sejumlah minyak. Bilangan penyabunan minyak dinyatakan dalam jumlah milligram kalium hidroksida yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gram minyak atau lemak. Besarnya bilangan penyabunan ini tergantung dari berat molekul minyak (Ketaren, 1986). Reaksi Penyabunan pada minyak disajikan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Reaksi penyabunan minyak.

Berdasarkan Gambar 4.7 dapat dilihat bahwa semakin besar molekul trigliserida maka semakin banyak juga KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan sejumlah minyak tersebut. Minyak yang disusun oleh asam lemak berantai C pendek berarti mempunyai berat molekul relatif kecil akan mempunyai angka penyabunan yang besar dan sebaliknya minyak dengan berat molekul besar mempunyai angka penyabunan yang relatif kecil (Sudarmadji dkk, 2003). Berdasarkan Tabel 4.1 dapat

digambarkan Grafik untuk memperjelas kenaikan bilangan penyabunan akibat waktu simpan yang disajikan dalam Gambar 4.6.



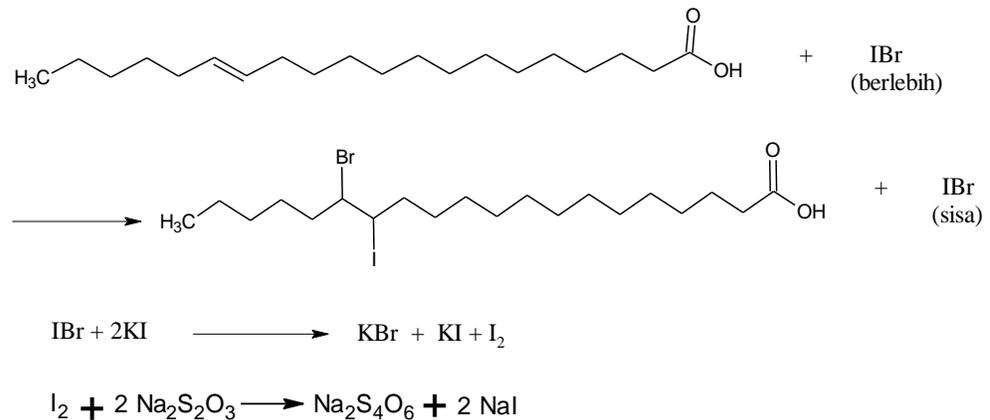
Gambar 4.6. Grafik bilangan penyabunan limbah pengalengan ikan

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa semakin bertambahnya umur limbah minyak ikan, maka jumlah bilangan penyabunan juga semakin besar. Minyak yang memiliki bilangan penyabunan paling tinggi yaitu limbah minyak ikan pada hari ketiga yaitu sebesar 116. Hal ini disebabkan karena limbah minyak pada hari ketiga memiliki asam lemak lebih tinggi, sehingga banyaknya gram KOH yang digunakan untuk menetralkan minyak tersebut juga semakin besar dan dapat dikatakan bahwa limbah minyak ikan pada hari ketiga memiliki tingkat kerusakan yang lebih tinggi dibandingkan dengan limbah hari kesatu dan kedua.

#### e. Bilangan Iod

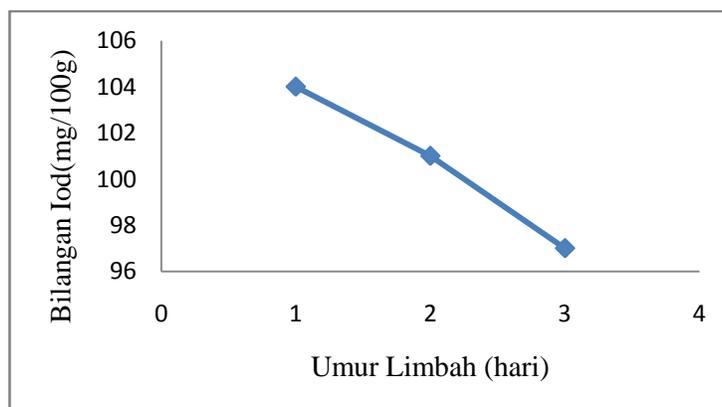
Bilangan iod dapat menunjukkan seberapa banyak asam lemak tidak jenuh yang terdapat pada minyak. Menurut Sudarmadji *et al* (1997), angka iod didefinisikan sebagai jumlah mg iodium yang dapat diserap oleh 100 g minyak. Penentuan angka iod pada penelitian ini menggunakan cara Hanus. Pereaksi Hanus

merupakan iodium bromide dalam larutan asam asetat glacial. Reaksi yang terjadi disajikan dalam Gambar 4.8.



Gambar 4.8. Reaksi minyak pada uji bilangan iod.

Berdasarkan Gambar 4.8 Iodium bromide dapat bereaksi dengan ikatan rangkap, dan jumlah iodium yang bereaksi dapat ditentukan dengan cara menitrasi iodium sisa dengan larutan standar natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ), setelah terlebih dahulu ditambahkan KI. KI disini berfungsi untuk mengubah ICI menjadi  $\text{I}_2$ . Berdasarkan data bilangan Iod yang terdapat pada Tabel 4.1 dapat diperjelas dengan Grafik seperti Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Grafik bilangan iod limbah pengalengan ikan.

Berdasarkan Gambar 4.9 limbah minyak ikan yang memiliki bilangan iod paling besar yaitu limbah hari pertama. Hal ini disebabkan karena limbah hari pertama masih mengandung asam lemak tinggi dibandingkan limbah kedua dan ketiga. Asam lemak tidak jenuh dapat mengalami reaksi adisi dengan halogen pada ikatan rangkapnya. Gliserida dengan tingkat ketidakjenuhan tinggi akan mengikat iod dalam jumlah yang besar. Makin tinggi angka iod, maka makin tinggi derajat ketidakjenuhan minyak tersebut.

#### 4.1.2 Komposisi Asam Lemak Limbah Pengalengan Ikan

Analisa komposisi asam lemak ditentukan dengan menggunakan metode Kromatografi Gas-Spektrometri Massa. GCMS ini merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Kromatogram GC menunjukkan beberapa puncak hasil pemisahan yang disertai dengan besarnya kelimpahan dari senyawa tersebut (dinyatakan dalam % area). Spektra massa dari senyawa pada sampel akan dibandingkan dengan spektra massa senyawa yang terdapat pada data *library* untuk mengetahui senyawa tersebut. Tingkat kesesuaian senyawa yang dihasilkan dengan senyawa pembanding dapat dilihat dengan mengetahui *similarity index* (SI) yang ditawarkan oleh data library, sedangkan kelimpahan senyawa tersebut dinyatakan dengan % area.

Ringkasan komposisi asam lemak limbah pengalengan ikan pada hari kesatu, kedua, dan ketiga yang memiliki kelimpahan lebih dari 5% dan SI diatas 90% disajikan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Komposisi asam lemak limbah pengalengan ikan

Asam Lemak	Limbah Hari kesatu	% Area		Jenis Asam Lemak	
		Limbah Hari kedua	Limbah Hari Ketiga	Jenuh	Tak jenuh
Asam Tetradekanoat	11,36	11,72	11,47	✓	
Asam 9-heksedekanoat	12,14	**	9,68		✓
Asam Heksadekanoat	22,46	22,21	31,29	✓	
Asam 8-oktadekanoat	-	15,75	-		✓
Asam 9-oktadekanoat	14,58	-	-		✓
Asam 10-oktadekanoat	-	-	9,67		✓
Asam Oktadekanoat	5,59	5,70	**	✓	
Asam Nonadekanoat	-	-	6,61	✓	
Asam 5,8,11,14,17- eikosapentaenoat	12,00	12,26	-		✓

\* : SI dibawah 90 %

\*\* : % Area dibawah 5%

- : Hilang

Dari Tabel 4.2 persentase asam lemak jenuh dan tidak jenuh yang terdapat pada limbah pengalengan ikan dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Persentase asam lemak jenuh dan tidak jenuh limbah pengalengan ikan

Jenis Asam lemak	Limbah hari kesatu	Limbah hari kedua	Limbah hari ketiga
Asam lemak jenuh	39,41%	39,63%	49,37%
Asam lemak tak jenuh	38,72%	28,01%	19,35%

Berdasarkan Tabel 4.3 bisa dilihat bahwa jumlah asam lemak jenuh minyak semakin besar dengan bertambahnya waktu simpan limbah. Hal ini terjadi karena sifat minyak yang mudah teroksidasi, selain itu juga bisa dilihat secara langsung bahwa minyak tersebut semakin kental.

Hasil yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan bahwa dengan bertambahnya waktu simpan limbah pengalengan ikan, maka akan mempengaruhi sifat fisik dan kimia minyak. Hasil karakterisasi fisik dan kimia limbah industri pengalengan ikan yang didapat dalam penelitian ini, jika dibandingkan dengan standart mutu minyak ikan kasar (Tabel 2.2) belum layak untuk dikonsumsi, oleh karena itu harus dimurnikan terlebih dahulu.

## 4.2 Karakteristik Fisik dan Kimia, serta Komposisi Asam Lemak Setelah Pemurnian

### 4.2.1 Karakteristik Fisik dan Kimia

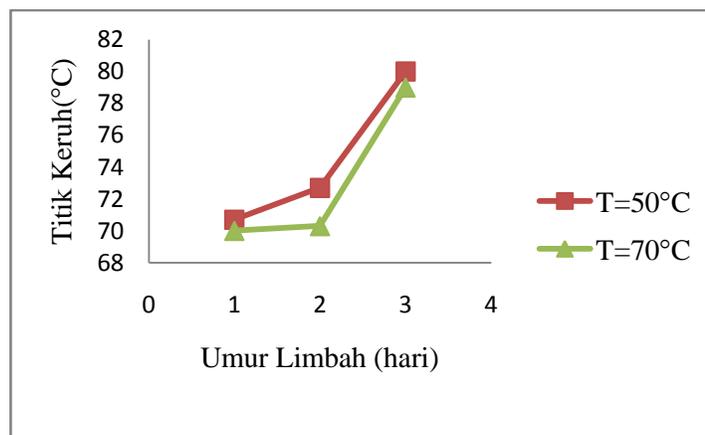
Pemurnian minyak dari hasil samping pengalengan ikan bertujuan untuk memperoleh minyak ikan yang memiliki mutu baik. Mutu minyak ikan yang diperoleh dari hasil pemurnian ini dapat diketahui dengan melakukan uji sifat fisik dan kimia. Karakteristik fisik dan kimia minyak ikan setelah pemurnian.

Tabel 4.4 Karakteristik fisik dan kimia minyak ikan setelah pemurnian

Sampel Limbah	Suhu degumming	Titik Keruh (°C)	ALB (%)	Bilangan Peroksida (meq/kg)	Bilangan Iod (mg/g)	Bilangan Penyabunan
Hari kesatu	50	70,7	1,08	4,17	125	101
	70	70	0,46	6,26	117	97
Hari kedua	50	72,7	2,22	8,39	123	105
	70	70,3	1,50	10,2	115	102
Hari ketiga	50	80	4,00	12,5	122	111
	70	79	3,21	14,7	113	108

a. Titik Keruh

Pengujian titik keruh minyak dilakukan untuk mengetahui adanya pengotoran oleh bahan asing atau pencampuran minyak Andarwulan *et al.* (2011). Berdasarkan Gambar 4.1 dapat dilihat bahwa nilai titik keruh Limbah pengalengan ikan lebih tinggi dibandingkan dengan nilai titik keruh minyak setelah melalui proses pemurnian yang terdapat pada Gambar 4.10. Penurunan titik keruh minyak setelah pemurnian ini terjadi karena pengotor ataupun campuran asing yang terdapat pada limbah terbuang dengan adanya proses pemurnian. Semakin kecil nilai titik keruh suatu minyak, maka kemurnian dan kualitas minyak semakin baik. Dari data titik keruh minyak ikan setelah pemurnian yang terdapat pada Tabel 4.4 dapat digambarkan Grafik yang sesuai pada Gambar 4.10.



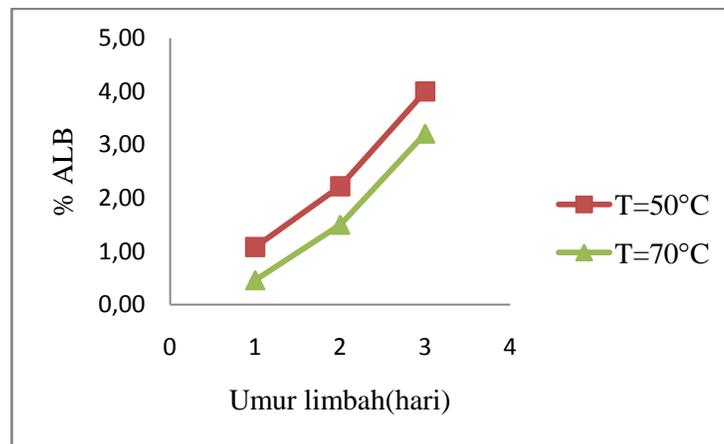
Gambar 4.10. Grafik titik keruh minyak ikan setelah pemurnian.

Berdasarkan Gambar 4.10 dapat dilihat bahwa nilai titik keruh terkecil diperoleh pada minyak ikan yang berumur satu hari dengan suhu pemanasan 70°C yaitu sebesar 70°C. Hal ini terjadi karena minyak yang berumur satu hari masih mengandung pengotor ataupun senyawa baru yang terbentuk akibat kerusakan

minyak dalam jumlah sedikit, sehingga dengan suhu pemanasan  $70^{\circ}\text{C}$  pada proses *degumming* kotoran pada minyak tersebut dapat memisah secara sempurna.

#### b. Asam Lemak Bebas

Analisa ALB bertujuan untuk menentukan jumlah ALB yang terkandung dalam minyak ikan. Keberadaan asam lemak bebas ini dijadikan indikator awal terjadinya kerusakan pada minyak. ALB minyak ikan setelah pemurnian secara jelas disajikan dalam Grafik 4.11.



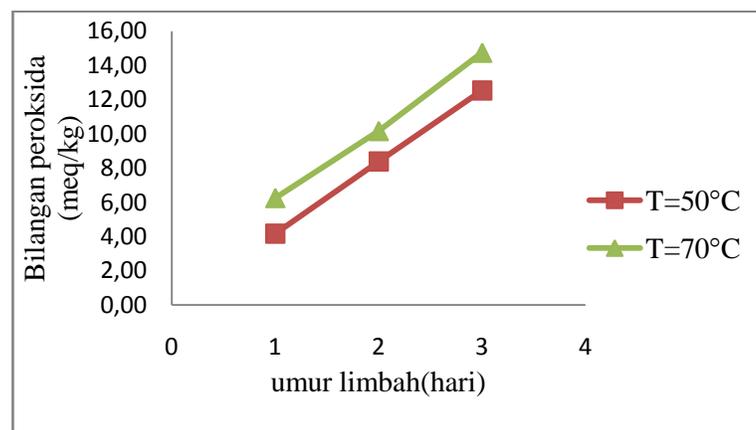
Gambar 4.11. Grafik ALB minyak ikan setelah pemurnian.

Prosentase ALB minyak mengalami penurunan setelah proses pemurnian. Hal ini bisa dilihat dengan membandingkan ALB limbah pengalengan ikan yang terdapat pada Gambar 4.2 dan ALB minyak hasil pemurnian yang terlihat pada Gambar 4.12. Pada tahap awal pemurnian yaitu *degumming*, ALB yang memiliki gugus karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) dan gugus hidroksil ( $\text{C}-\text{OH}$ ) yang bersifat polar akan ikut terbawa uap air pada proses pemanasan, sedangkan turunnya kadar ALB pada proses netralisasi disebabkan asam lemak bebas ikut mengendap pada proses penyabunan. ALB yang sebagian belum ikut mengendap pada proses netralisasi, maka akan terserap pada proses *bleaching*. Hal ini dimungkinkan terbentuknya ALB baru pada proses netralisasi karena adanya air pada proses netralisasi sehingga terjadi reaksi hidrolisis.

Penurunan ALB pada Tahap *bleaching* disebabkan karena adanya situs-situs yang ada pada *bleaching earth* seperti susunan pori-pori dan luas permukaan adsorpsi serta komposisi kimia permukaan yang ada dalam *bleaching earth*. Berdasarkan (Gambar 4.11) juga bisa dilihat bahwa semakin tinggi suhu, ALB yang terkandung dalam minyak menurun. Hal ini disebabkan karenan semakin tinggi suhu, kandungan air dalam limbah berkurang sehingga proses hidrolisis menurun, akibatnya ALB juga semakin menurun.

### c. Bilangan Peroksida

Uji bilangan peroksida pada minyak ditujukan untuk melihat besarnya kandungan peroksida. Semakin besar angka peroksida mengindikasikan bahwa minyak tersebut memiliki peningkatan kerusakan. Bilangan peroksida pada minyak mengalami penurunan setelah proses pemurnian. Grafik bilangan Peroksida minyak akibat pemurnian dengan suhu degumming 50°C dan 70° C disajikan dalam Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Grafik bilangan peroksida minyak ikan setelah pemurnian

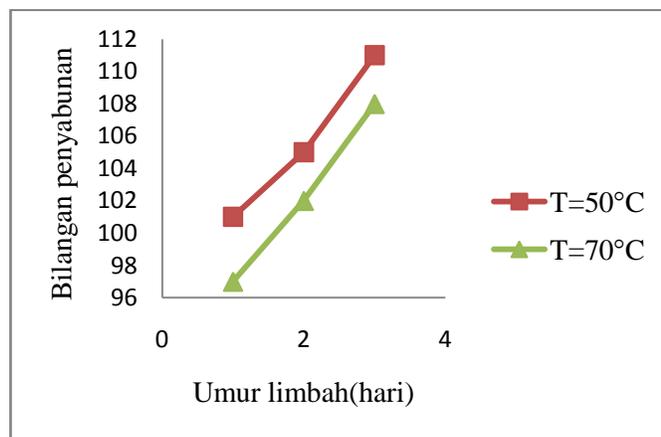
Bilangan peroksida limbah pengalengan ikan seperti yang terlihat pada Gambar 4.3 mengalami penurunan setelah melalui tahap pemurnian yaitu seperti yang terlihat pada Gambar 4.12. Hal ini disebabkan karena senyawa peroksida yang

terdapat dalam minyak merupakan asam lemak rantai panjang sehingga bersifat non polar. Minyak dan air mempunyai polaritas yang berbeda, ketika minyak dipanaskan ada sebagian ikatan pada rantai karbon panjang yang putus sehingga memiliki rantai karbon pendek. Rantai karbon pendek  $R.COO^{\circ}$  ini akan lebih mudah larut dalam air panas dibanding dalam minyak. Air bersifat polar, sementara minyak bersifat non polar, karena beda kepolaran minyak dan air tidak bisa larut sehingga komponen polar yang ada dalam minyak seperti protein, karbohidrat yang berada dalam minyak larut dalam air, sehingga setelah melalui tahapan *degumming* angka peroksida minyak mengalami sedikit penurunan. Turunnya angka peroksida pada proses netralisasi disebabkan sebagian kecil peroksida yang terikat dalam asam lemak bebas ikut mengendap pada proses penyabunan. Tahap pengolahan *bleaching*, hal ini disebabkan karena adanya situs-situs aktif dalam karbon, seperti struktur kimia permukaan, susunan pori-pori dan luas permukaan adsorpsi, serta komposisi kimia permukaan yang ada dalam *bleaching earth*. Berdasarkan Gambar 4.12 bisa dilihat bahwa dengan kenaikan suhu, nilai peroksida minyak menjadi naik. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi suhu pemanasan minyak, maka proses oksidasi akan berlangsung cepat. Oksidasi yang diakibatkan oleh penggunaan suhu yang tinggi akan terjadi pemutusan ikatan, dimana asam lemak yang terikat pada trigliserida akan putus dan asam lemak bereaksi dengan  $O_2$  sehingga terbentuklah peroksida.

#### d. Bilangan Penyabunan

Penentuan angka penyabunan dilakukan untuk menentukan berat molekul dari suatu lemak atau minyak secara kasar. Penentuan bilangan penyabunan ini dapat dipergunakan untuk mengetahui sifat minyak dan lemak. Apabila sampel yang akan diuji disabunkan dengan larutan KOH berlebih dalam alkohol, maka KOH akan bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga molekul KOH bereaksi dengan satu molekul minyak atau lemak. Reaksi penyabunan minyak dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Larutan alkali yang tertinggal tersebut kemudian ditentukan dengan titrasi dengan menggunakan asam, sehingga jumlah alkali yang turut bereaksi dapat diketahui. Pelarut yang dipergunakan untuk melarutkan KOH adalah Alkohol, penambahan alkohol dimaksudkan untuk melarutkan asam lemak hasil hidrolisis agar dapat membantu mempermudah reaksi dengan basa dalam pembentukan sabun. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat digambarkan Grafik untuk memperjelas data penyabunan disajikan dalam Gambar 4.13.

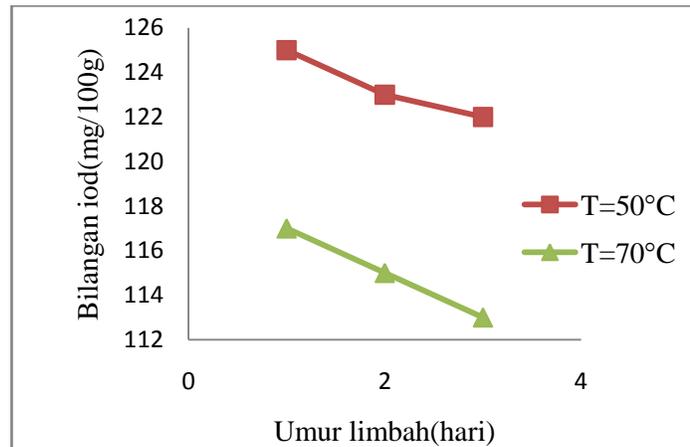


Gambar 4.13. Grafik bilangan penyabunan minyak ikan setelah pemurnian.

Bilangan penyabunan minyak akan mengalami penurunan setelah minyak tersebut melalui tahap-tahap pemurnian dan dengan kenaikan suhu sampai 70°C bilangan penyabunannya juga mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena dengan bertambahnya suhu, maka jumlah asam lemak yang terdapat pada minyak sedikit. Sehingga jumlah basa yang digunakan untuk menyabunkan minyak tersebut juga semakin sedikit.

#### e. Bilangan Iod

Bilangan iod didefinisikan sebagai jumlah mg iodium yang dapat diserap oleh 100 g minyak atau minyak (Sudarmadji dkk, 1997). Bilangan Iod minyak ikan setelah pemurnian secara jelas disajikan dalam Grafik 4.14.



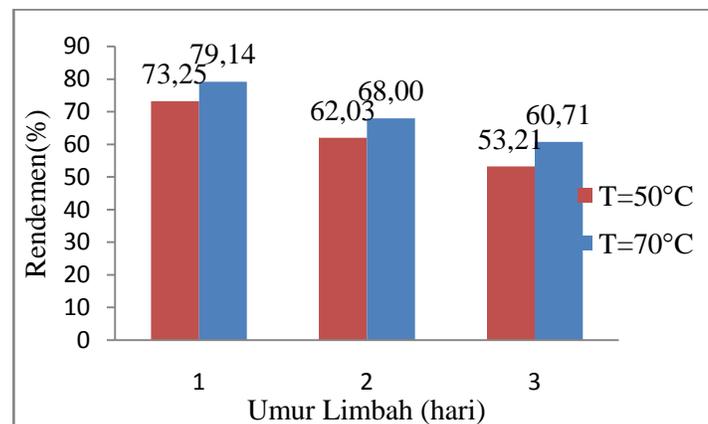
Gambar 4.14. Grafik bilangan iod minyak ikan setelah pemurnian.

Berdasarkan Gambar 4.14 nilai bilangan iod tertinggi yaitu minyak dengan suhu pada proses degumming 50°C yaitu sebesar 125 mg/100 g, minyak ini berasal dari limbah pengalengan ikan yang berumur tiga hari dengan nilai bilangan iod sebesar 104 mg/100 g (Gambar 4.4). Tingginya asam lemak pada suhu pemanasan 50°C disebabkan karena pada suhu rendah pengotor belum terpisah secara sempurna sehingga dimungkinkan terdapat minyak yang mengandung asam lemak jenuh yang tidak hilang pada proses pemurnian, sedangkan pada suhu tinggi pemisahan kotoran pada minyak terjadi secara sempurna sehingga dimungkinkan terdapat beberapa minyak yang mengandung asam lemak jenuh yang ikut terbuang pada proses pemurnian. Selain itu pemanasan pada minyak dapat menyebabkan pemutusan pada ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak tidak jenuh. Pemutusan dapat menyebabkan penurunan ketidakjenuhan asam lemak dan menghasilkan berbagai jenis ikatan kimia baru seperti alcohol dan aldehid.

#### f. Rendemen

Proses pemurnian limbah pengalengan ikan dapat mengurangi jumlah minyak ikan yang diperoleh, dengan adanya data rendemen ini juga membuktikan bahwa ada

senyawa yang hilang akibat proses pemurnian. Minyak yang didapat dari hasil proses *degumming* mengalami penurunan berat rendemen dari berat limbah awal. Penurunan rendemen pada minyak disebabkan karena hilangnya sebagian pengotor (gum) saat proses pemisahan. Selain itu penurunan bobot minyak juga dapat diakibatkan karena terbuangnya minyak pada saat pencucian. Penurunan rendemen minyak setelah netralisasi terjadi karena banyaknya asam lemak bebas dan pengotor yang tersabunkan dalam minyak, sedangkan dalam proses *bleaching* penggunaan adsorben yang digunakan dapat menyerap pengotor secara maksimal yang terdapat dalam minyak, sehingga dapat memperbaiki kualitas minyak baik secara fisik dan kimia. Penurunan kadar rendemen dari minyak hasil pemurnian ditampilkan pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15. Rendemen minyak ikan setelah pemurnian.

Berdasarkan Gambar 4.15 minyak yang memiliki rendemen paling kecil yaitu limbah minyak ikan hari ketiga dengan suhu pemanasan 50°C dengan nilai sebesar 53,21%. Proses *bleaching* ini sangat berpengaruh terhadap rendemen hasil pemurnian. Hal ini disebabkan karena bahan pemucat memiliki pori-pori yang tidak hanya akan menyerap warna tetapi juga akan menyebabkan minyak banyak tertinggal di dalam pori-pori tersebut dan ikut terbuang bersama bahan pemucat yaitu *bleaching earth*.

#### 4.2.2 Komposisi Asam Lemak Minyak Ikan Setelah Pemurnian

Pemilihan minyak untuk uji komposisi asam lemak didasarkan pada minyak hasil pemurnian yang memiliki bilangan kualitas fisik dan kimia terbaik dari Jenis limbah. Data hasil pemurnian limbah yang dihasilkan, menunjukkan bahwa limbah pertama memiliki kriteria yang sesuai untuk uji komposisi asam lemak.

Ringkasan komposisi asam lemak yang terdapat dalam limbah pengalengan ikan limbah sebelum pemurnian dan sesudah pemurnian didapat berdasarkan kriteria asam lemak yang memiliki kelimpahan lebih dari 5% dan SI diatas 90% disajikan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Komposisi asam lemak minyak ikan setelah pemurnian

Asam Lemak	% Area			Jenis asam lemak	
	Limbah Hari kesatu	Suhu degumming 50°C	Suhu degumming 70°C	jenuh	Tak jenuh
Asam Tetradekanoat	11,36	12,48	12,21	✓	
Asam 9-Heksedekanoat	12,14	12,51	12,03		✓
Asam Heksadekanoat	22,46	22,35	22,95	✓	
Asam Okatadekanoat	5,59	-	-	✓	
Asam 9-Oktadekanoat	14,58	14,26	-		✓
Asam5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	12,00	12,48	-		✓
Asam5,8,11,14-eikosetetraenoat	-	-	12,08		✓

\* : SI dibawah 90 %

\*\* : % Area dibawah 5%

- : Hilang

Dari Tabel 4.5 persentase jumlah asam lemak jenuh dan tak jenuh yang terdapat pada limbah minyak Ikan dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Persentase asam lemak jenuh dan tidak jenuh minyak ikan setelah pemurnian

Jenis Asam Lemak	Limbah Hari kesatu	Suhu (50° C)	Suhu (70°C)
Asam Lemak Jenuh	39,41%	34,83%	35,16%
Asam Lemak tak jenuh	38,72%	39,25%	24,11%

Jumlah asam lemak tak jenuh minyak setelah proses pemurnian mengalami peningkatan dengan pemanasan pada suhu 50°C. Hal ini disebabkan karena dengan adanya pemurnian senyawa pengotor yang terdapat dalam limbah minyak ikan berkurang sehingga meningkatkan jumlah asam lemak tak jenuh, sedangkan pada suhu 70°C jumlah asam lemak tak jenuh mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena adanya pemanasan yang tinggi ikatan rangkap yang terdapat minyak .

Hasil yang diperoleh dalam penelitian ini menunjukkan bahwa dengan bertambahnya waktu simpan limbah minyak ikan, maka akan mempengaruhi sifat fisik dan kimia minyak ikan. Jika dibandingkan dengan standart mutu minyak ikan (Tabel 2.2 ), hasil yang diperoleh pada penelitian ini mendekati range nilai yang terdapat pada standart mutu minyak ikan kasar tersebut. Menurut Estiasih (2009), mutu minyak ikan terutama komposisi asam lemaknya dipengaruhi oleh musim, kawasan penangkapan, jenis makanan, kematangan seksual, dan umur ikan. Perbedaan mutu minyak ini disebabkan karena sampel yang dipakai dalam penelitian ini berupa limbah pengalengan ikan, adapun ikan yang dipakai dalam proses pengalengan ini tidak berasal dari satu jenis ikan saja, akan tetapi masih ada campuran ikan-ikan yang lain, akan tetapi dalam standart mutu minyak ikan kasar, tidak ada penjelasan asal mula sampel yang digunakan.

## **BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN**

### **5.1 Kesimpulan**

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah :

1. Sifat fisik dan kimia limbah minyak ikan dipengaruhi oleh lama penyimpanan limbah dan waktu pemanasan limbah minyak ikan
  - Semakin lama waktu simpan limbah, maka semakin rendah kualitas minyak yang diperoleh.
  - Pemanasan Limbah dengan suhu 70°C memiliki kualitas yang lebih baik dibandingkan dengan suhu 50°C.
2. Komposisi asam lemak minyak ikan dipengaruhi oleh lama penyimpanan limbah dan waktu pemanasan limbah minyak ikan.
  - Semakin lama limbah minyak ikan tersebut disimpan, maka tingkat kejenuhan minyak tersebut juga semakin tinggi. Semakin tinggi suhu pemanasan minyak, maka jumlah asam lemak tak jenuh semakin rendah.

### **5.2 Saran**

Bedasarkan kesimpulan diatas, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan penggunaan suhu 50°C atau lebih rendah dari 50° C dengan penambahan bahan lain atau dengan perlakuan lain pada proses pemurnian agar didapatkan rendemen trigliserida lebih banyak dan kualitas minyak ikan lebih baik dan perlu dilakukan uji tambahan ( uji kadar air, kandungan logam, bilangan totoks, bilangan anisidin) agar didapatkan data yang lebih baik.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdillah, H. M. 2008. *Pemurnian Minyak dari Limbah Pengolahan Ikan* . Skripsi. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Ackman, R.G. 1982. *Fatty acid composition of fish oil*. Di dalam: Nurul Milati Syakiroh. 2012. *Peningkatan Kualitas Asam Lemak Omega-3 Minyak Ikan Limbah Pengalengan Ikan Melalui Proses Degumming, Netralisasi Dan Bleaching dengan Karbon Aktif Biji Kelor (Moringa oleifera. Lamk) teraktivasi NaCl*. Skripsi. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Andarwulan, Kusnandar, Herawati. 2011. *Analisis Pangan*. Jakarta: Dian Rakyat
- Andersen, S. 1995. *Microencapsulation Omega-3 Fatty Acids*. New York: Marine Sources.
- AOAC. 1984. *Official Methods of Analysis of The Association of Official Analytical Chemist*. Washington: AOAC Int.
- Bernardini, E. 1983. *Vegetable Oils and fats processing*. Raly: Interstamps House
- Brian. 1983. *Vogel's Text Book of Practical Organikc Chemistry*. London: Longman Group VR.
- Edward, H.G.Jr.1967. *Fatty Acid Composition*. Di dalam Abdillah, H. 2008. *Pemurnian Minyak dari Limbah Pengolahan Ikan* [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Eskin, N.A.M. 2002. *Authentication of Evening Primrose, Borage and Fish Oil. Oils and Fats Authentication*. Ukraina: Blackwell Publishing Ltd.
- Estiasih, T. 2009. *Minyak Ikan dan Teknologi dan Penerapan untuk Pangan dan Kesehatan*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Gunstone, F.D., dan FA Norris. 1983. *Lipids in Foods Chemistry, Biochemistry and Technelogy*. Oxford: Pergamon Press.

- Irianto, H.E. 1992. *Fish Oil: Refining, Stability and Its Use in Canned Fish For The Indonesian Market*. New Zealand: Massey University.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. UI Press: Jakarta.
- Kirk, R.E., and D.F. Othmer. 1985. *Consice Encyclopedia of Chemical Technology*. Di dalam : Ahmadi, Pudji Hastuti, Tranggono. *Aktivitas Zeolit Alam dan Penggunaannya Untuk Pemurnian Tokoferol Dari Distilat Asam Lemak Minyak Sawit*. New York: John wiley and Sons Inc.
- Lehninger. 1982. *Dasar-dasar Biokimia*. Erlangga: Jakarta.
- Syakiroh, Nurul Milati. 2012. Peningkatan Kualitas Asam Lemak Omega-3Minyak Ikan Limbah Pengalengan Ikan Melalui Pross Degumming Netralisasi dan Bleaching Dengan Karbon Aktif Biji Kelor (*Moringa Olei fera. Lamk*) teraktivasi NaCl. Skripsi. Malang:UIN Maulana Malik Ibrahim
- Raharjo, S. 2006. *Kerusakan Oksidatif pada Makanan*. Yogyakarta: Penerbit Gadjah Mada University Press.
- Paquot,A. 1987. *Standart Method for the Analysis of Oils, Fat and Derivatves, Seventh Resived and Enlarge Edition*. California: Blackwell Scientific Publication.
- Poedjiadi, A. 1994. *Dasar-dasar Biokimia*. Jakartan: Penerbit Universitas Indonesia.
- Sari, Fauzia Kurnia. 2005. *Optimasi Metode Pemasatan Cepat Minyak Hasil Samping Penepungan Ikan Lemuru pada Proses Pembuatan minyak Kaya Asam Lemak Omega*.Skripsi. Malang:Universitas Brawijaya
- Sastrohamidjojo, H. 1985. *Kromatografi*, edisi Pertama. Liberty:Yogyakarta.
- Setiabudi, E. 1990. *Pengaruh Waktu Penyimpanan dan Jenis Filter Pada Jumlah Omega-3 Dalam Minyak Limbah Hasil Pengalengan dan Penepungan Ikan Lemuru (Sardinella longiceps)*. Tesis. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

- Seto A, H.L., Wang , dan C.W. Hessentie. 1984. *Culture Condition Affect EPA Content of Chlorella minutissima*. Journal American Oils Chemistry Society 61;5.
- Sudarmadji, dkk. 1976. *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian*, Universitas Gajahmada, Yogyakarta.
- Swern. D. 1979. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. New York: John Wiley and Sons Inc.
- Thieme, J.G. 1968. *Coconut Oil Processing*. Rome: Agriculture Development Paper -FAO.
- Universitas Jember. 2012. *Pedoman Penulisan Karya Ilmiah*. Jember: UPT Penerbitan Universitas Jember
- Young, F.V.K. 1986. *Fish Oil Bulletin No 18*. United Kingdom: International Association of Fish Meal Manufactures.
- Weiss, J.T. 1983. *Food Oil and Their Uses*. Westport: The AVI Publishing.
- Winarno, F.G. 1993. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Zuhail Ummu. 2010. <http://ummuzuhail.wordpress.com/dunia/gum-xanthan/>.  
[24 Januari 2013]

## LAMPIRAN

### Lampiran A. Perhitungan keperluan NaOH untuk netralisasi

Jumlah sampel = 300 gram

$$\text{Jumlah Asam Lemak Bebas} = \frac{3,4491}{100} \times 300 \text{ g} = 10,3473 \text{ g}$$

Jumlah NaOH untuk menetralkan 1 kg asam lemak bebas (sebagai asam oleat  $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ) = 0.142 kg NaOH = 142 g



1 mol  $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2 \sim 1$  mol NaOH

Sehingga untuk menetralkan 1kg  $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$

$$\frac{1}{282} \times 40 = 0,142 \text{ kg NaOH} = 142 \text{ g}$$

Jumlah NaOH untuk menetralkan 3,15 gram (sebagai asam oleat  $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ) asam lemak bebas =  $\frac{10,3473}{1000} \times 142 = 1,4693 \text{ g}$

$$\text{Ekses NaOH } 0,15 \% = \frac{0,15}{100} \times 300 = 0,45 \text{ g}$$

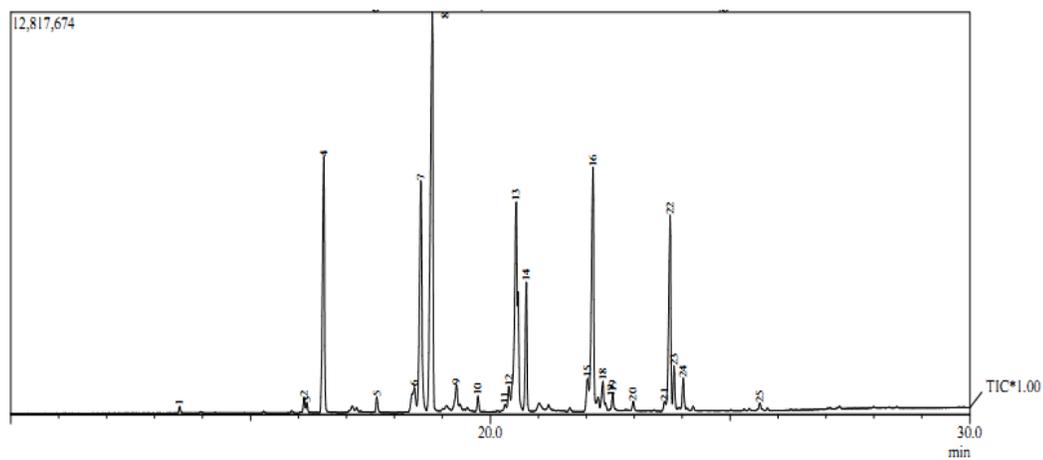
$$\text{Total NaOH} = 0,45 + 1,4693 = 1,9193$$

- Larutan NaOH 20<sup>o</sup> Be yang diperlukan untuk menetralkan 3,15 gram asam lemak

$$\text{bebas} = \frac{1,9193}{16,7} \times 100 = 11,5 \text{ ml}$$

## Lampiran B. Kromatogram Minyak Ikan Sebelum dan Sesudah Pemurnian

### B.1 Kromatogram limbah minyak ikan hari pertama



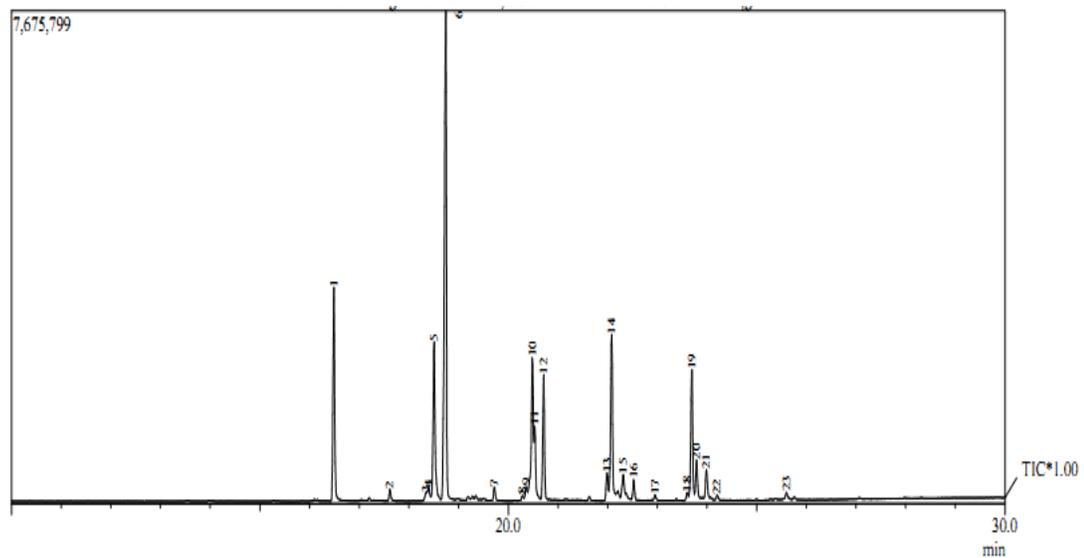
No. Puncak	% Area	Asam Lemak	SI
1	0.22	Heptadekana	97
2	0.53	Heptadekana	97
3	0.31	2, 6,10,14-tetramethyl pentadekana	96
4	11.36	Asam Tetradekanoat	97
5	0.57	Asam Pentadekanoat	96
6	2.01	Asam 9, 12,15-Hexadekatrienoat	93
7	12.14	Asam 9-Hexadekenoat	97
8	22.46	Asam Heksadekanoat	97
9	1.09	Asam 9-Oktadekenoat	95
10	0.55	Asam Heptadekanoat	96
11	0.15	Asam 6, 9,12-octadekatrienoat	92
12	0.90	Asam 5, 11,14,17- eikosatetranoat	87
13	14.58	Asam 9-oktadekenoat	95



No.	% Area	Asam Lemak	SI
Puncak			
1	0.1	Tridekana	97
2	0.22	Heptadekana	97
3	0.15	2, 6, 10, 14-tetrametil pentadekana	86
4	11.72	Asam Tetradekanoat	96
5	0.19	Asam Eicosanoat	93
6	0.64	Asam Pentadekanoat	96
7	1.48	Asam 9, 12, 15-oktadekatrienoat	92
8	11.86	Asam Heksadekanoat	97
9	22.21	Asam Heksadekanoat	96
10	0.48	Asam 9-oktadekanoat	90
11	0.25	Asam dekanoat	75
12	0.64	Asam Heptadekanoat	97
13	0.24	Asam 6, 9, 12-oktadekatrienoat	90
14	0.95	5, 11, 14, 17-eikosatetraenoat	86
15	15.75	Asam 8-Oktadekanoat	95
16	5.70	Asam Octadekanoat	96
17	0.18	Asam Nonadekanoat	96
18	12.26	Asam 5, 8, 11, 14, 17 eikosapentaenoat	92
20	1.51	Asam 11- Eikosenoat	93
21	0.73	Asam Eikosanoat	96
22	0.28	Asam 5, 8, 11, 14, 17- eikosapentaenoat	87
23	8.93	Asam 5, 8, 11, 14, 17- eikosapentaenoat	89

## Lanjutan

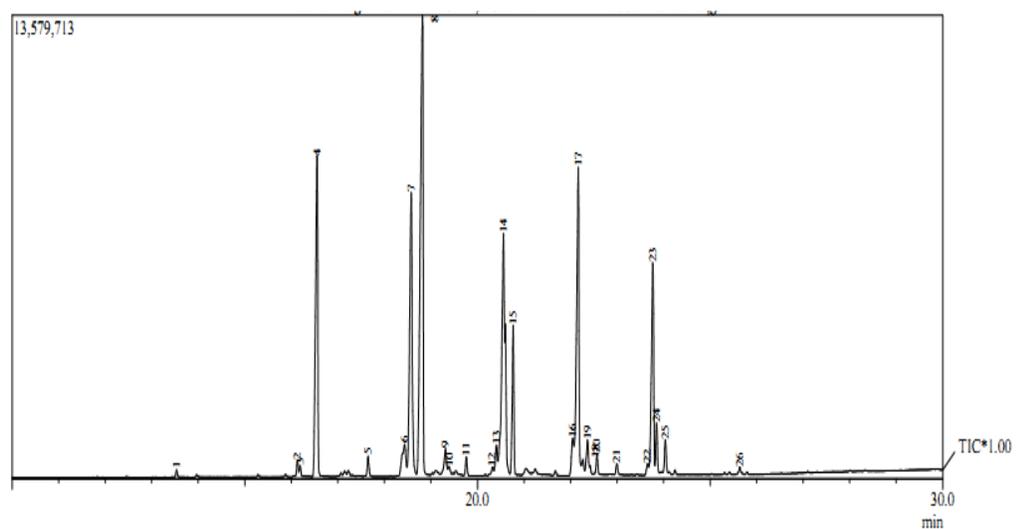
24	1.42	Asam 5, 8, 11, 14, 17-eikosapentaenoat	90
25	1.32	Asam 9-Heksadekenoat	93
26	0.16	Asam tetrakosanoat	96
27	0.32	Asam 13-dokosenoat	93

**B.3 Kromatogram limbah minyak ikan pada hari ketiga**

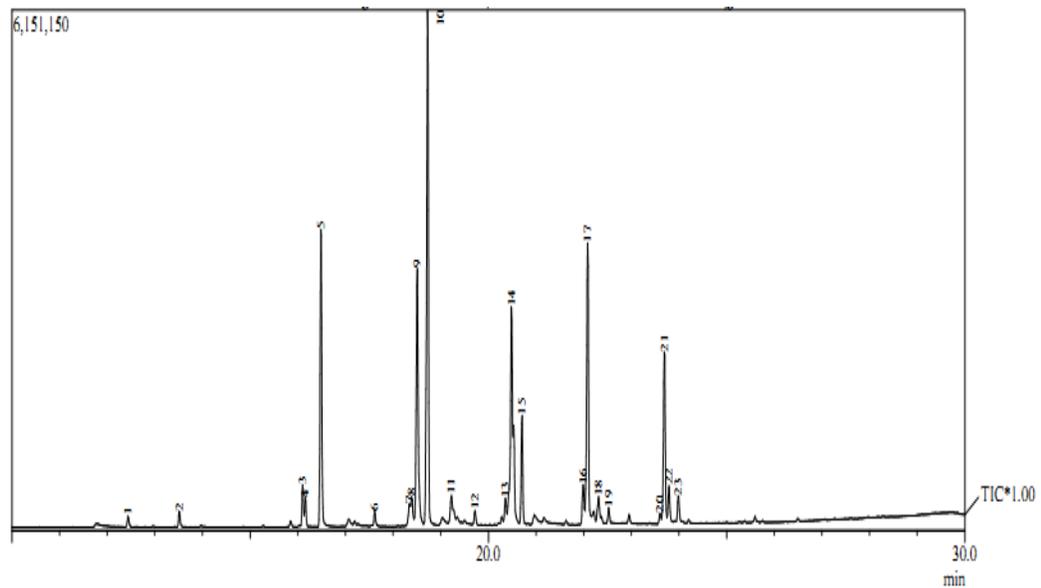
No. Puncak	(%) Area	Nama Senyawa	SI (%)
1	11.47	Asam Tetradekanoat	97
2	0.62	Asam Pentadekanoat	96
4	0.45	Asam 9, 12,15-ockadekatrienoat	86
5	9.68	Asam 9-Heksaadekenoat	96
6	31.29	Asam Heksadekanoat	97
7	0.71	Asam Heptadecanoic	95
8	0.15	Asam 8, 11, 14-eicosatrienoat	87

Lanjutan

9	0.68	Asam 5, 11,14,17-eicosatrienoat	87
10	9.67	Asam 10-oktadekenoat	96
11	3.27	Asam 16-oktadekanoat	94
12	6.61	Asam Nonadekanoat	95
13	1.60	Asam 5, 8,11,14-eikosatetraenoat	91
14	9.37	Asam 5, 8, 11,14,17-eikosapentaenoat	89
15	1.31	Asam 9-Oktadekenoat	93
16	1.03	Asam Oktadekanoat	95
17	0.28	Asam 5,8,11,14,17- eikosapentaenoat	87
18	0.31	Asam 8,11,14,17-eikosatetraenoat	87
19	7.14	Asam 5, 8, 11,14,17-eikosapentaenoat	87
20	1.87	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	89
21	1.58	Asam 13-dokosenoat	93
22	0.21	Asam Henekosanoat	93
23	0.29	Asam 13-Dokosenoat	93

B 4. Kromatogram minyak ikan dengan suhu *degumming* 50°C

No.Puncak	% Area	Asam Lemak	SI
1	0.19	Tetradekana	97
2	0.43	Heptadekana	97
4	12.48	Asam Tetradekanoat	97
5	0.59	Asam pentadekanoat	96
6	2.04	Asam Heksadekatrienoat	93
7	12.51	Asam 9- heksadekenoat	96
8	22.35	Asam Heksadekanoat	97
9	0.99	Asam 9- Oktadekenoat	94
10	0.23	Asam 9, 12, 15-Oktadekatrienoat	75
11	0.54	Asam Heptadekanoat	96
12	0.24	Asam 6, 9, 12-Oktadekatrienoat	91
13	1.04	Asam 5, 11, 14,17-Eikosatetraenoat	87
14	14.26	Asam 9- Oktadekenoat	95
15	4.28	Asam Oktadekanoat	95
16	1.51	Asam 5, 8, 11,14-eikosatetraenoat	90
17	12.48	Asam 5, 8, 11,14, 17-Eikosapentanoat	92
19	1.23	Asam 9- Oktadekenoat	92
20	0.52	Asam Oktadekanoat	95
21	0.33	Asam 5, 8, 11,14, 17- eicosapentaenoat	87
22	0.40	Asam 5, 8, 11,14-eikosatetraenoat	88
23	8.23	Asam 5, 8, 11,14, 17-eicosapentaenoat	88
24	1.37	Asam 5, 8, 11,14, 17- eicosapentaenoat	89
25	0.96	Asam 13 - Dokosenoat	93
26	0.18	Asam 13 - Dokosenoat	93

B 5. Kromatogram minyak ikan dengan suhu *degumming* 70°C

No. Puncak	(%) Area	Nama Senyawa	SI (%)
1	0.45	Beta Caryophyllene	95
2	0.61	Heksadekana	98
3	1.57	Heptadekana	97
4	0.98	Pentadekana	96
		2,6,10,14-tetramethyl	
5	12.21	Asam Tetradekanoat	97
6	0.57	Asam Pentadekanoat	97
7	0.99	Asam 6,9,12-oktadekatrienoat	86
8	0.95	Asam 9,12,15-oktadekatrienoat	87
9	12.03	Asam 9-Heksadekenoat	97
10	22.95	Asam Heksadekanoat	97
11	1.67	Asam Heksadekanoat	95
12	0.55	Asam Heptadekanoat	96

## Lanjutan

13	1.03	Asam 5,11,14,17-eicosatetraenoat	87
14	14,23	Asam 9-Oktadekanoat	96
15	4.20	Asam Nonadecanoat	95
16	1.74	Asam 5, 8, 11,14-eicosatetraenoat	90
17	12.08	Asam 5, 8, 11,14-eicosatetraenoat	91
18	1.04	Asam 9-octadecenoat	94
19	0.59	Asam Eicosanoat	95
20	0.26	Asam 5, 8,11,14-eicosatetraenoat	87
21	6.98	Asam 5,8,11,14,17- eicosapentaenoat	87
22	1.3	Asam 5,8,11,14,17- eicosapentaenoat	88
23	1.04	Asam 13-Dokoseonat	93

### Lampiran C. Foto Minyak Ikan



Gambar. Penampungan limbah



Gambar. Pengambilan sampel limbah minyak ikan



limbah minyak ikan

(a)



minyak kotor

(b)



minyak netral

(c)



minyak murni

(d)

## Lampiran D. Perhitungan Standarisasi

### D.1 Larutan HCl 2 N

ml NaOH	N HCl
20,10	2,0837
19,90	2,0629
20,05	2,0832
N rata-rata	2,0766

$$N_{HCl} = \frac{ml_{NaOH} \times N_{NaOH}}{ml_{HCl}}$$

### D.2 Larutan HCl 0,5 N

ml NaOH	N HCl
25,20	0,5225
24,90	0,5162
25,10	0,5216
N rata-rata	0,5201

$$N_{HCl} = \frac{ml_{NaOH} \times N_{NaOH}}{ml_{HCl}}$$

### D.3 Larutan KOH 0,1 N

ml KOH	Gram oksalat	N KOH
15,50	0,1072	0,1098
15,75	0,1120	0,1129
15,60	0,1312	0,1335
N rata-rata		0,1187

$$N\ KOH = \frac{g\ oksalat \times 2}{0,126 \times ml\ KOH}$$

Keterangan :

2 = ekuivalen asam oksalat

0,126 = BM asam oksalat

#### D.4 Larutan NaOH 0,1 N

ml NaOH	Gram oksalat	N NaOH
15,60	0,1004	0,1022
16,20	0,1085	0,1063
15,90	0,1027	0,1025
N rata-rata		0,1037

$$N\ KOH = \frac{g\ oksalat \times 2}{0,126 \times ml\ KOH}$$

Keterangan :

2 = ekuivalen asam oksalat

0,126 = BM asam oksalat

#### D.5 Larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1 N

ml Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Gram KIO <sub>3</sub>	N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
14,10	0,0523	0,104
13,80	0,0549	0,111
13,85	0,0515	0,104
N rata-rata		0,106

$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{g \text{ KIO}_3}{0,03567 \times ml \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_2}$$

## LAMPIRAN E. Data Titration

### E.1 ALB

Umur Limbah(hari)	Ulangan	Massa (g)	Volume (ml)	% ALB limbah awal
1	1	1,0092	1,00	3,88
	2	1,0087	0,95	3,69
	3	1,0090	0,95	3,69
				$\bar{x} = 3,75$ STDEV=0,11
2	1	1,0085	1,30	5,05
	2	1,0087	1,35	5,24
	3	1,0084	1,35	5,24
				$\bar{X} = 5,18$ STDEV=0,11
3	1	1,0095	2,00	7,66
	2	1,0099	2,00	7,76
	3	1,0010	2,05	8,02
				$\bar{x} = 7,85$ STDEV=0,15

Perhitungan Asam Lemak Bebas (ALB):

$$\% \text{ALB} = \frac{A \times N(\text{KOH}) \times M}{G \times 1000} \times 100$$

$$\% \text{ALB} = \frac{1,00 \times 0,1187 \times 330}{1,0092 \times 1000} \times 100 = 3,83\%$$

Variasi sampel		Ulangan	Massa (g)	Volume (ml)	% ALB bleaching	
Umur (hari)	Suhu (°C)					
1	50	1	1,0310	0,25	0,94	
		2	1,0315	0,30	1,12	
		3	1,0313	0,30	1,13	
					$\bar{x} = 1,06$	
					STDEV=0,11	
2	70	1	1,0041	0,15	0,58	
		2	1,0038	0,10	0,39	
		3	1,0040	3.0,10	0,39	
					$\bar{x} = 0,45$	
					STDEV=0,11	
3	50	1	1,0014	1.0,55		
		2	1,0020	2.0,60	2,12	
		3	1,0017	3.0,55	2,32	
						2,12
						$\bar{x} = 2,19$
						STDEV=0,11
	70	1	1	1.0020	0,40	1,54
			2	1,0019	0,35	1,35
			3	1,0024	0,40	1,54
						$\bar{x} = 1,48$
						STDEV=0,11
3	50	1				
		2	1,0102	0,95	3,64	
		3	1,0125	0,90	3,44	
					3,44	
					$\bar{x} = 3,50$	
					STDEV=0,11	
70	1	1	1,0560	0,70	2,56	
		2	1,0563	0,65	2,38	
		3	1,0599	0,65	2,37	
					$\bar{x} = 2,44$	
					STDEV=0,11	

## E.2 Bilangan Iod

Umur limbah(hari)	Ulangan	Massa (g)	Volume(ml)	Bil.iod
1	1	0,1033	8,45	105
	2	0,1029	8,50	105
	3	0,1035	8,50	104
				$\bar{x} = 104$ STDEV=0
2	1	0,1027	8,75	1. 102
	2	0,1033	8,70	2. 102
	3	0,1036	8,70	3. 101
				$\bar{X} = 101$ STDEV=0
3	1			
	2	0,1041	9,00	1.97
	3	0,1046	8,95	2.97
				3.98
				$\bar{x} = 97$ STDEV=0

Perhitungan Angka iod :

$$\frac{\text{ml titrasi}(\text{blangko} - \text{sampel})}{\text{berat sampel}(\text{gram})} \times N \text{ thio} \times 12,69$$

$$\frac{(16.50 - 8.45) \text{ml}}{0.1033 \text{ gram}} \times 0.106 N \times 12,69 = 105 \text{ mg/100 g}$$

Variasi sampel		Ulangan	Massa (g)	Volume (ml)	Bil.iod
Umur (hari)	Suhu (°C)				
1	50	1	0,1059	7,00	126
		2	0,1053	7,00	125
		3	0,1060	7,00	125
					$\bar{x} = 125$
					STDEV=0
2	70	1	0,1015	7,30	117
		2	0,1021	7,25	118
		3	0,1022	7,30	117
					$\bar{X} = 117$
					STDEV=1
3	50	1	0,1070	7,25	124
		2	0,1065	7,25	2.124
		3	0,1062	7,35	3.122
					$\bar{x} = 123$
					STDEV=1
3	70	1	0,1001	7,45	114
		2	0,1002	7,40	115
		3	0,1009	3.7,40	115
					$\bar{x} = 115$
					STDEV=1
3	50	1	0,1045	1.7,50	123
		2	0,1041	2.7,60	121
		3	0,1043	3.7,55	121
					$\bar{x} = 122$
					STDEV=1
3	70	1			
		2	0,0981	1.7,70	113
		3	0,0991	2.7,75	113
			0,0995	3.7,65	114
				$\bar{x} = 113$	
				STDEV=1	

## E.3 Bilangan penyabunan

Umur Limbah (hari)	Massa (g)	Ulangan	Volume(ml)	Bil.Penyabunan
1	1,0024	1	1,40	106
	1,0020	2	1,42	106
	1,0018	3	1,40	107
				$\bar{x} = 107$ STDEV=0
2	1,0130	1	1,20	110
	1,0125	2	1,20	111
	1,0127	3	1,24	111
				$\bar{x} = 111$ STDEV=1
3	1,0210	1	1,00	116
	1,0217	2	1,02	115
	1,0213	3	1,02	115
				$\bar{x} = 116$ STDEV=0

Perhitungan Angka Penyabunan:

$$\frac{(\text{titrasi blangko} - \text{titrasi sampel}) \times NHCL \times BM KOH}{\text{berat sampel}(g)}$$

$$\frac{(5.22 - 1.42)ml \times 0.5201N \times 56.10}{1,0024(g)} = 106$$

Variasi sampel		Ulangan	Massa (g)	Volume (ml)	Bil.Penyabunan	
Umur (hari)	Suhu (°C)					
1	50	1	0,9980	1,60	102	
		2	1,0010	1,64	100	
		2	1,0070	1,66	100	
						$\bar{x} = 101$ STDEV=1
	70	1	1.1,0020	1,78	96	
		2	2.1,0017	1,76	97	
3		3.1,0002	1,76	97		
					$\bar{X} = 97$ STDEV=0	
2	50	1	1.1,0150	1,42	105	
		2	2.1,0076	1,40	106	
		3	3.1,0210	1,40	106	
						$\bar{x} = 105$ STDEV=0
	70	1	1.1,0237	1,50	102	
		2	2.1,0199	1,50	102	
3		3.1,0340	1,50	101		
					$\bar{x} = 102$ STDEV=1	
3	50	1	1.1,0020	1,28	110	
		2	2.1,0211	1,24	111	
		3	3.1,0357	3.1,28	110	
						$\bar{x} = 111$ STDEV=1
	70	1	1.1,0062	1,36	108	
		2	2.1,0057	1,36	108	
3		3.1,0055	1,36	108		
					$\bar{x} = 108$ STDEV=0	

## E.4 Bilangan peroksida

Umur Limbah (hari)	Ulangan	Massa (g)	Volume (ml)	Bil.Peroksida
1	1	5,0040	0,75	13,34
	2	5,0039	0,80	14,40
	3	5,0042	0,85	15,46
				$\bar{x} = 14,40$
				STDEV=1,06
2	1	5,0300	1,10	20,65
	2	5,0309	1,10	20,65
	3	5,0315	1,05	19,59
				$\bar{X} = 20,30$
				STDEV=0,00
3	1	5,0290	1,30	25,93
	2	5,0286	1,25	23,82
	3	5,0285	1,35	25,93
				$\bar{x} = 25,23$
				STDEV=1,22

Perhitungan Peroksida :

$$\frac{ml \text{ titran}(\text{contoh} - \text{blangko}) \times N_{thio} \times 1000}{\text{berat sampel}(\text{gram})}$$

$$\frac{(0,55 - 0,12)ml \times 0,106 \times 1000}{5,0040(\text{gram})} = 8,40 \text{ meq/kg}$$

Variasi sampel		Ulangan	Massa (g)	Volume (ml)	Bil.Peroksida	
Umur (hari)	Suhu (°C)					
1	50	1	5,0020	0,35	4,87	
		2	5,0015	0,30	3,81	
		3	5,0017	0,30	3,81	
						$\bar{x} = 4,17$ STDEV=0,61
	70	1	5,0213	0,45	6,97	
		2	5,0209	0,40	5,91	
3		5,0410	0,40	5,89		
					$\bar{X} = 6,26$ STDEV=0,62	
2	50	1	1.5,0115	1.0,50	8,04	
		2	2.5,0110	2.0,50	8,04	
		3	3.5,0113	3.0,55	9,10	
						$\bar{x} = 8,39$ STDEV=0,61
	70	1	5,0027	0,60	10,17	
		2	5,0021	0,65	10,17	
3		5,0025	0,65	10,17		
					$\bar{x} = 10,17$ STDEV=0,00	
3	50	1	5,0438	0,75	13,24	
		2	5,0431	0,70	12,19	
		3	5,0436	0,75	12,19	
						$\bar{x} = 12,54$ STDEV=0,61
	70			5,2310	0,80	14,33
				5,0010	0,85	15,47
			5,0211	0,80	14,41	
					$\bar{x} = 14,74$ STDEV=0,81	

### F. Redemen Minyak Setelah pemurnian

Umur limbah(hari)	Massa awal	Massa (g)		Rendemen (%)	
		Suhu 50	Suhu 70	Suhu 50	Suhu 70
1	300.10	219.55	236.45	73.16	78.79
	300.14	219.87	237.96	73.26	79.28
	300.18	220.18	238.2	73.35	79.35
				$\bar{x} = 73.25$	$\bar{x} = 79.14$
				STDEV=0.10	STDEV=0.31
2	300.20	186.34	204.50	62.07	68.12
	300.16	185.99	203.99	61.96	67.96
	300.15	186.25	203.89	62.05	67.93
				$\bar{x} = 62.03$	$\bar{x} = 68.00$
				STDEV=0.06	STDEV=0.10
3	300.12	159.85	182.32	53.26	60.75
	300.13	160.00	182.47	53.31	60.80
	300.17	159.3	181.89	53.07	60.60
				$\bar{x} = 53.21$	$\bar{x} = 60.71$
				STDEV=0.13	STDEV=0.11

## Lampiran G. Pembuatan Larutan

### G.1 Pereaksi Hanus

- Yodium Kristal sebanyak 13,615 g ditambah 82,5 ml asam asetat glasial, kemudian dipanaskan dan diaduk (sampai larut sempurna). Setelah itu didinginkan dan dipipet 25 ml, lalu diencerkan sampai 200 ml, selanjutnya dititrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N (sampai larutan tidak berwarna). Banyaknya  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang diperlukan untuk menitrasi larutan tersebut misal A ml.
- Bromin sebanyak 3 ml dimasukkan dalam 200 ml asam asetat glasial (dicampur dengan baik), diambil 5 ml kemudian diencerkan sampai 150 ml, kemudian ditambah 10 ml KI 15% dan dititrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N. banyaknya  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang dibutuhkan untuk menitrasi larutan bromin misal B ml.
- Sehingga jumlah larutan bromin yang ditambahkan pada 800 ml larutan yodium adalah:  $800 \times \left( \frac{\left( \frac{A}{25} \right)}{\left( \frac{B}{5} \right)} \right)$ .
- Setelah larutan yodium dicampur dengan larutan bromin, kemudian diencerkan sampai 1 liter dengan asam asetat glasial.

### G.2 Larutan KI 15%

- Ditimbang 15,2101 gram kristal KI kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan sedikit aquades.
- Larutan KI tersebut selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan aquadest sampai garis tanda kemudian diaduk supaya homogen.

### G.3 Larutan pati 1%

- Ditimbang 1 gram bubuk amilum kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan aquadest hingga volume 100 ml.

- Larutan dipanaskan sambil diaduk dengan pengaduk magnetik hingga tidak keruh lagi dan kemudian didinginkan terlebih dahulu sebelum digunakan. Larutan amilum ini dibuat beberapa saat sebelum dilakukan titrasi untuk mencegah rusaknya amilum.

G.4 Indikator pp 1%

Ditimbang phenolphthalein sebanyak 1 g kemudian dilarutkan dalam 100 ml etanol 70%.

G.5 Larutan Iodida Jenuh

Larutan Kalium Iodida jenuh dibuat dengan menambahkan kristal kalium iodida kedalam aquades sampai kristal tersebut menjadi tidak larut.

G.6 Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N

- Ditimbang dengan  $\pm 25$  gram  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan sedikit aquadest.
- Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  tersebut selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 1000 ml dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas.

G.6.1 Standarisasi larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N

- Ditimbang Kristal  $\text{KIO}_3$  sebanyak 140-150 mg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan sedikit aquadest
- Dimasukkan kedalam labu ukur 250 ml kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.
- Setelah larutan homogen kemudian dipipet sebanyak 25 ml dan dimasukkan dalam gelas Erlenmeyer
- Ditambah dengan 2 g KI
- Ditambah 10 ml HCl 1N
- Ditambah 2 ml indikator amilum

- Dititrasi larutan yodat dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (dalam buret) yang akan distandarisasi sampai warna berubah dari merah bata menjadi kuning pucat
- Dicatat volume larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N yang dipakai.

#### G.7 Larutan HCl 0,5 N

Diketahui:

$$\text{BJ HCl pekat} = 1,19 \text{ g/mL} = 1190 \text{ g/L}$$

$$\% \text{HCl pekat} = 37\%$$

$$\text{BM HCl} = 36,45 \text{ g/mol}$$

$$\text{M HCl} = \frac{\text{persen berat} \times \text{BJ HCl pekat} \times 10}{\text{BM HCl pekat}}$$

$$= \frac{37\% \times 1,19 \text{ g/ml} \times 10}{36,45 \text{ g/mol}}$$

$$= 12,08 \text{ M}$$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 12,08 = 100 \text{ ml} \times 0,5 \text{ M}$$

$$V_1 = 4,14 \text{ ml}$$

- Ambil sekitar 4,14 ml Asam Klorida p lalu larutkan ke dalam labu takar ukuran 100 ml yang sudah berisi aquadest.
- Tambahkan aquadest hingga tanda secara pelan-pelan melalui dinding labu untuk menghindari perubahan panas yang berlebihan yang mengakibatkan letupan.

#### G.7.1 Standarisasi HCl 0,5 N

- Mengisi buret dengan larutan HCl
- Titras larutan HCl ini dengan NaOH 0,1 N yang telah distandarisasi dengan indikator pp 0,1% sampai terbentuk warna merah muda.

- Volume larutan NaOH dicatat dan Normalitas HCl yang sesungguhnya dapat dicari.

#### G.8 Larutan HCL 0,1 N

Diketahui:

$$\text{BJ HCl pekat} = 1,19 \text{ g/mL} = 1190 \text{ g/L}$$

$$\text{Konsentrasi} = 37\%$$

$$\text{BM HCl} = 36,45 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{M HCl} &= \frac{\text{persen berat} \times \text{BJ HCl pekat} \times 10}{\text{BM HCl pekat}} \\ &= \frac{37\% \times 1,19 \text{ g/mol} \times 10}{36,45 \text{ g/mol}} \\ &= 12,08 \text{ M} \end{aligned}$$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 12,08 = 100 \text{ ml} \times 0,1 \text{ M}$$

$$V_1 = 0,83 \text{ ml}$$

- Ambil sekitar 0,83 ml Asam Klorida p lalu larutkan ke dalam labu takar ukuran 100 ml yang sudah berisi aquadest.
- Tambahkan aquadest hingga tanda secara pelan-pelan melalui dinding labu untuk menghindari perubahan panas yang berlebihan yang mengakibatkan letupan.
- Dilakukan standarisasi seperti larutan HCl 0,5 N.

#### G.9 Larutan NaOH 0,1 N

Diketahui:

$$\text{BM NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Volume larutan} = 100 \text{ ml}$$

$$\text{Eq NaOH} = 1$$

$$m = \frac{N \times BM \times V}{1000 \times eq}$$

$$= \frac{0,1 \times 40 \times 100}{1000 \times 1}$$

$$= 0,4 \text{ g}$$

- Ditimbang NaOH sebanyak 0,4 g kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan sedikit aquadest
- Dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml kemudian diencerkan dengan aquades sampai garis tanda.
- Setelah larutan homogen kemudian dilakukan standarisasi.

#### G.10 Larutan KOH 0,1 N

$$BM \text{ KOH} = 56 \text{ g/mol}$$

$$\text{Volume larutan} = 100 \text{ ml}$$

$$Eq \text{ KOH} = 1$$

$$m = \frac{N \times BM \times V}{1000 \times eq}$$

$$= \frac{0,1 \times 56 \times 100}{1000 \times 1}$$

$$= 0,56 \text{ g}$$

- Ditimbang KOH sebanyak 0,56 g kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan sedikit aquadest
- Dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml kemudian diencerkan dengan aquades sampai garis tanda.
- Setelah larutan homogen kemudian dilakukan standarisasi.

#### ➤ Standarisasi larutan KOH 0,1 N

- Ditimbang Kristal  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,1 g dan dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur takar 250 ml
- Dipipet sebanyak 5 ml dan dimasukkan kedalam gelas erlemmeyer
- Ditambah dengan 3 tetes indicator pp 1 %

- Dititrasi dengan larutan KOH sampai terjadi perubahan warna merah jambu
- Dicatat volume larutan KOH yang terpakai.