KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KOMPOSISI ASAM LEMAK DARI HASIL PEMURNIAN LIMBAH PENGALENGAN IKAN DENGAN VARIASI ALKALI PADA PROSES NETRALISASI

SKRIPSI

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

Oleh

Ratih Ratna Dewi
NIM 071810301097

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER

2013

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Ibunda Shohifah serta ayahanda Soewono tercinta yang tidak pernah berhenti mendoakan dan mencurahkan kasih sayang, serta selalu mendidik dengan penuh kesabaran;
2. Kakakku Anis Fauziati dan Robit Subhan, serta adikku Thorik RH dan Diah Rizki atas motivasi dan doa;
3. keponakanku tercinta, Najwa Ismatulmillah yang selalu memberi keceriaan setiap hari;
4. Almamaterku tercinta Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.

MOTTO

Dan hendaklah ada diantara kamu segolongan umat yang menyeru kepada kebajikan, menyuruh kepada yang ma'ruf dan mencegah dari yang munkar, merekalah orang-orang yang beruntung.

(Terjemahan Surat Ali 'Imran 104)[*)]

Manusia dibimbing oleh kekuatan yang lebih tinggi yang lebih berupa perasaan ketimbang pikiran. Dan, ketika Anda memahami kekuatan perasaan itu, Anda tahu pasti bahwa kekuatan itu datang dari Tuhan.

(Oprah Winfrey)

---

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

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ratih Ratna Dewi

NIM : 071810301097

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya tulis ilmiah yang berjudul "*Karakterisasi dan Penentuan Komposisi Asam Lemak dari Hasil Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan dengan Variasi Alkali pada Proses Netralisasi*" 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,

Ratih Ratna Dewi

NIM 071810301097

SKRIPSI

KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KOMPOSISI ASAM LEMAK DARI HASIL PEMURNIAN LIMBAH PENGALENGAN IKAN DENGAN VARIASI ALKALI PADA PROSES NETRALISASI

Oleh :

Ratih Ratna Dewi

NIM 071810301097

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : drh. Wuryanti Handayani, M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : Ika Oktavianawati, S.Si, M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul ”*Karakterisasi dan Penentuan Komposisi Asam Lemak dari Hasil Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan dengan Variasi Alkali pada Poses Netralisasi*” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari :

Tanggal :

Tempat : Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji:

Ketua (DPU),	Sekretaris (DPA),
drh. Wuryanti Handayani, M.Si. NIP. 196008221985032002	Ika Oktavianawati, S.Si, M.Si. NIP. 198010012003122001
Penguji I,	Penguji II,
Drs. Mukh. Mintadi, Ph.D NIP. 196410261991031001	I Nyoman Adi Winata, S.Si, M.Si. NIP. 197105011998021002

Mengesahkan
Dekan,

Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D.
NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Karakterisasi dan Penentuan Komposisi Asam Lemak dari Hasil Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan dengan Variasi Alkali pada Proses Netralisasi; Ratih Ratna Dewi, 071810301097; 2013; 85 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Limbah pengalengan ikan merupakan salah satu hasil samping dari proses pengolahan ikan yang tentunya masih memiliki kandungan minyak ikan. Untuk memisahkannya perlu dilakukan pemurnian yang dapat memperbaikin kualitas minyak. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh pelakuan variasi alkali NaOH dan KOH dengan masing-masing konsentrasi alkali 10^0Be, 14^0Be, dan 18^0Be tehadap sifat fisik, kimia dan komposisi asam lemak yang terdapat dalam minyak hasil pemurnian. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember, dengan waktu penelitian mulai Desember 2011 sampai Mei 2012.

Pada penelitian ini limbah dimurnikan dengan melalui 3 tahap pemurnian, yakni *degumming*, netralisasi, dan *bleaching*. Perlakuan variasi alkali dilakukan pada tahap netralisasi yang berfungsi untuk mengurangi jumlah pengotor terutama ALB yang terdapat pada minyak. Berdasarkan hasil analisis dapat diketahui bahwa limbah minyak ikan dengan pemberian perlakuan NaOH memberi pengaruh cukup baik terhadap nilai dari sifat fisik, kimia dan komposisi asam lemak dibandingkan dengan KOH. Hal ini ditunjukkan dengan berkurangnya kadar ALB dan pengotor terbanyak pada perlakuan alkali NaOH dibandingkan dengan minyak ikan hasil pemurnian yang diberi perlakuan dengan KOH dengan konsentrasi yang sama.

Berdasarkan hasil analisa dari variasi konsentrasi yang digunakan dapat diketahui bahwa konsentrasi 18^0Be memberikan pengaruh terbaik pada minyak. Hal ini dibuktikan dengan sifat fisik dan kimia minyak ikan yang memiliki nilai cukup

baik dan mendekati standart minyak ikan murni jika dibandingkan dengan konsentrasi yang lainnya.

PRAKATA

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat 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 Hasil Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan dengan Variasi Alkali pada Proses Netralisasi*". Karya tulis ilmiah ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia 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., Ph.D selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. drh. Wuryanti Handayani, M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama (DPU) dan Ika Oktavianawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota (DPA) yang telah meluangkan waktu, pikiran, perhatian, bimbingan, kritik, dan saran dalam persiapan penulisan proposal sampai terselesaikannya penulisan skripsi ini;
4. Drs. Mukh. Mintadi, Ph.D, selaku Dosen Penguji I dan I Nyoma Adi Winata, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II terima kasih atas segala masukan, kritikan dan saran yang telah diberikan bagi kesempurnaan penulisan skripsi ini;
5. Tiya Fauziyah, Halimatul Holila, Melly Fuadah, Mike Ardila dan seluruh teman-teman kosan 77B dan 77A terima kasih atas semangat, keceriaan dan kebersamaan dalam suka dan duka.
6. teman-teman Kimia: Elis Nur Farida dan Susi Astutik terima kasih atas bantuan, keceriaan dan motivasinya serta teman-teman angkatan 2007 terima kasih atas kebersamaannya selama kuliah;

7. seluruh staf karyawan di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ terima kasih atas segala bantuannya.

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

HALAMAN JUDUL i

HALAMAN PERSEMBAHAN ii

HALAMAN MOTTO iii

HALAMAN PERNYATAAN iv

HALAMAN PEMBIMBINGAN v

HALAMAN PENGESAHAN vi

RINGKASAN vii

PRAKATA ix

DAFTAR ISI xi

DAFTAR GAMBAR xiv

DAFTAR TABEL xv

BAB 1. PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Rumusan Masalah 3

1.3 Batasan Masalah 4

1.4 Tujuan 4

1.5 Manfaat 4

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA 5

2.1 Minyak dan Lemak 5

2.2 Minyak Ikan 6

2.3 Minyak Hasil Samping Pengalengan Ikan 8

2.4 Pemurnian Minyak Ikan 10

2.5 Analisis Sifat Fisik dan Kimia Minyak Ikan 14

2.5.1 Titik Keruh 14

2.5.2 Asam Lemak Bebas 15

2.5.3 Bilangan Peroksida 15

2.5.4 Bilangan Penyabunan 16
2.5.5 Bilangan Iod 16
2.6 Analisis Asam Lemak dengan GC-MS 17
BAB 3. METODE PENELITIAN 19
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian 19
3.2 Alat da Bahan 19
3.2.1 Alat 19
3.2.2 Bahan 19
3.3 Rancangan Penelitian 20
3.3.1 Diagram Alir Penelitian 20
3.4 Prosedur Penelitian 20
3.4.1 Preparasi Sampel 20
3.4.2 Uji Karakteristik Fisik dan Kimia Limbah 21
3.4.3 Pemurnian Minyak Ikan 21
3.4.4 Uji Karakteristik Fisik dan Kimia Minyak Ikan setelah Pemurnian 22
3.4.5 Uji Komposisi Asam Lemak setelah Pemurnian 24
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN 25
4.1 Karakteristik Fisik dan Kimia Limbah dan Minyak Ikan setelah Pemurnian 25
4.1.1 Bilangan Peroksida 25
4.1.2 Bilangan Iod 27
4.1.3 Bilangan Penyabunan 29
4.1.4 Bilangan Asam Lemak Bebas 30
4.1.5 Titik Keruh 33
4.1.6 Rendemen 34
4.2 Analisa Komposisi Asam Lemak Limbah dan Minyak Ikan setelah Pemurnian 36
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN 39

5.1 Kesimpulan 39
5.2 Saran 40
DAFTAR PUSTAKA 41
LAMPIRAN-LAMPIRAN 44

Daftar Gambar

Gambar 2.1 Reaksi pembentukan trigliserida 5
Gambar 2.2 Reaksi Penyabunan 13
Gambar 2.3 Reaksi pembentukan asam lemak bebas 15
Gambar 2.4 Reaksi pembentukan peroksida..... 16
Gambar 2.5 Reaksi adisi iod dengan minyak..... 17
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian 20
Gambar 4.1 Grafik bilangan peroksida sesudah pemurnian 27
Gambar 4.2 Grafik bilangan iod sesudah pemurnian..... 28
Gambar 4.3 Grafik bilangan penyabunan sesudah pemurnian 30
Gambar 4.4 Reaksi penyabunan trigliserida 31
Gambar 4.5 Grafik %ALB minyak hasil pemurnian 32
Gambar 4.6 Grafik titik keruh sesudah pemurnian..... 34
Gambar 4.7 Histogram rendemen minyak hasil pemurnian 35

Daftar Tabel

Tabel 2.1	Jenis Ikan Berdasarkan Kadar Lemak dan Protein.....	6
Tabel 2.2	Kadar Asam Lemak Omega-3 dari Beberapa Jenis Ikan (100gr daging).....	7
Tabel 2.3	Panduan Mutu Minyak Kasar.....	8
Tabel 2.4	Profil Asam Lemak dari Minyak Ikan Hasil Samping Pengalengan	9
Tabel 3.1	Perlakuan Netralisasi dengan Variasi Jenis dan Konsentrasi alkali.....	22
Tabel 4.1	Perbandinga bilangan peroksida sebelum dan sesudah pemurnian.....	26
Tabel 4.2	Bilangan iod sebelum dan sesudah pemurnian	28
Tabel 4.3	Bilangan penyabunan sebelum dan sesudah pemurnian	29
Tabel 4.4	Kadar ALB minyak hasil pemurnian	31
Tabel 4.5	Uji titik keruh minyak hasil pemurnian.....	33
Tabel 4.6	Ringkasan komposisi asam lemak dari limbah dan minyak hasil pemurnian	37

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara dengan wilayah yang didominasi dengan perairan. Luasnya perairan Indonesia menyebabkan melimpahnya hasil perikanan saat ini. Hal ini menyebabkan adanya suatu pemikiran untuk mengolah ikan menjadi bahan pangan yang awet. Oleh karena itu saat ini banyak sekali berdiri beberapa industri pengolahan ikan, salah satunya adalah industri pengalengan ikan. Pengalengan ikan merupakan salah satu cara pengawetan ikan yang dimasukkan dalam suatu kaleng dan tertutup rapat, yang kemudian disterilkan untuk membunuh semua mikroba patogen dan pembusuk. Dengan pengalengan tersebut, memungkinkan makanan dapat terhindar dari kebusukan, kerusakan akibat oksidasi, perubahan cita rasa dan lamanya waktu penyimpanan.

Dengan berkembangnya industri hasil perikanan di Indonesia seperti industri pengalengan ikan selain membawa dampak positif juga telah membawa dampak negatif. Salah satu dampak negatif dari industri pengalengan ikan adalah limbah buangan yang berupa limbah cair maupun padat. Limbah cair dari proses pengalengan ikan berasal dari air proses pada saat pencucian dan sisa pemanasan. Limbah cair tersebut memiliki kandungan minyak ikan yang dapat dimanfaatkan kembali.

Saat ini banyak industri pengalengan ikan kurang memanfaatkan limbah cair berupa minyak ikan, salah satunya pada industri pengalengan ikan di Muncar Banyuwangi. Pada kenyataannya, dituntut suatu inovasi baru yaitu pemanfaatan limbah yang ramah lingkungan serta dapat menghasilkan produk baru sebagai alternatif bahan yang bermanfaat bagi kehidupan masyarakat. Salah satunya dengan daur ulang limbah seperti pemurnian minyak ikan. Menurut Stansby (1982), minyak ikan banyak mengandung jenis asam lemak omega-3 yakni EPA (*Eicosapentaenoic*

Acid) dan DHA (*Docosahexaenoic Acid)*. Menurut hasil penelitian Dewi (1996) menujukkan bahwa kadar total asam lemak omega-3 pada minyak limbah pengalengan ikan lemuru sebesar 29,68%, dengan kandungan EPA dan DHA pada minyak ikan lemuru masing-masing sebesar 15 % dan 11 %.

Limbah minyak ikan yang diperoleh dari proses pengalengan ikan masih mengandung campuran air dan pengotor yang sangat banyak. Minyak tersebut dapat dimanfaatkan kembali melalui tahap proses pemurnian minyak ikan secara benar. Pemurnian minyak tersebut bermanfaat untuk menghilangkan bahan pengotor, menurunkan kandungan asam lemak bebas, dan menjernihkan warna minyak. Pemurnian minyak sendiri melalui beberapa tahapan proses, yaitu *degumming*, netralisasi dan *bleaching.*

Degumming pada pemurnian minyak ikan bertujuan untuk memisahkan gum yang terdapat dalam minyak. *Gum* merupakan kotoran yang berbentuk lendir dengan kandungan protein, fosfatida, karbohidrat, dan air. Netralisasi sebagai salah satu tahapan proses pemurnian dimaksudkan untuk menetralkan asam lemak bebas dan mengurangi gum yang masih tertinggal, memperbaiki rasa dan mengurangi warna gelap dari minyak tersebut (Swern, 1979).

Netralisasi pada proses pemurnian minyak dapat dilakukan dengan beberapa cara antara lain netralisasi dengan alkali, netralisasi dengan Na_2CO_3, netralisasi minyak dalam bentuk *miscella*, dan netralisasi menggunakan etanol-amin dan amonia. Akan tetapi netralisasi dengan alkali banyak digunakan dalam industri karena lebih efisien dan murah.

KOH dan NaOH merupakan pelarut alkali yang dapat melarutkan asam lemak. NaOH merupakan jenis alkali yang sering digunakan pada proses netralisasi. Selain harga yang relatif murah NaOH juga lebih efisien jika digunakan dalam proses netralisasi. Akan tetapi, NaOH memiliki satu kekurangan pada proses pemurnian, yaitu mengurangi rendemen minyak lebih banyak. Dengan penggunaan KOH diharapkan minyak yang tersabunkan lebih sedikit, sehingga didapatkan rendemen minyak yang lebih banyak. Hasil penelitian Havidz (2008), menunjukkan bahwa

proses netralisasi menggunakan NaOH dengan konsentrasi NaOH 20°Be menghasilkan kadar asam lemak bebas dalam minyak paling rendah dibandingkan dengan konsentrasi 10°Be dan 15°Be. Akan tetapi pemakaian NaOH 20°Be menghasilkan penurunan rendemen yang cukup signifikan dari berat minyak.

Bleaching atau pemucatan merupakan salah satu tahap pemurnian yang bertujuan untuk memucatkan warna yang kurang disukai yang terdapat dalam minyak. Selain warna, proses *bleaching* juga dapat mengurangi kadar fosfatida dan senyawa berlendir yang masih tersisa dalam minyak. Untuk menghilangkan kotoran pada proses ini dapat digunakan adsorben. Salah satu adsorben yang digunakan adalah *bleaching earth*. Selain dapat menyerap warna, *bleaching earth* juga efektif menyerap bau yang dihasilkan oleh minyak. Menurut Hafidz (2008), pemucatan dengan menggunakan *bleaching earth* memberikan tingkat kejernihan yang cukup baik.

Berdasarkan uraian diatas, maka dalam penelitian ini akan dipelajari pengaruh jenis alkali pada proses netralisasi yaitu NaOH dan KOH dengan variasi konsentrasi 10^{o}Be, 14^{o}Be, 18^{o}Be.

1.2 Rumusan Masalah

Dari uraian latar belakang diatas maka permasalahan limbah pengalengan ikan pada proses netralisasi dengan menggunakan variasi jenis dan konsentrasi larutan alkali, antara lain :

1. Bagaimana karakteristik fisik, kimia, serta komposisi asam lemak limbah minyak ikan.
2. Bagaimana pengaruh penambahan variasi alkali terhadap karakteristik fisik, kimia, serta komposisi asam lemak minyak hasil pemurnian.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Limbah pengalengan ikan yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari limbah cair industri pengalengan ikan di Muncar, Banyuwangi.
2. Pengujian sifat fisik minyak ikan meliputi titik keruh. Sedangkan pengujian sifat kimianya adalah bilangan peroksida, bilangan iod, kandungan asam lemak bebas, bilangan penyabunan dalam minyak ikan.
3. Larutan alkali yang digunakan adalah NaOH dan KOH dengan masing-masing konsentrasi 10ºBe, 14ºBe, 18ºBe.
4. Identifikasi komposisi asam lemak menggunakan GC-MS.

1.4 Tujuan

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan antara lain :

1. Mengetahui karakteristik fisik dan kimia, serta komposisi asam lemak dari limbah minyak ikan.
2. Mengetahui pengaruh penambahan variasi alkali terhadap sifat fisik dan kimia, serta komposisi asam lemak dari minyak hasil pemurnian.

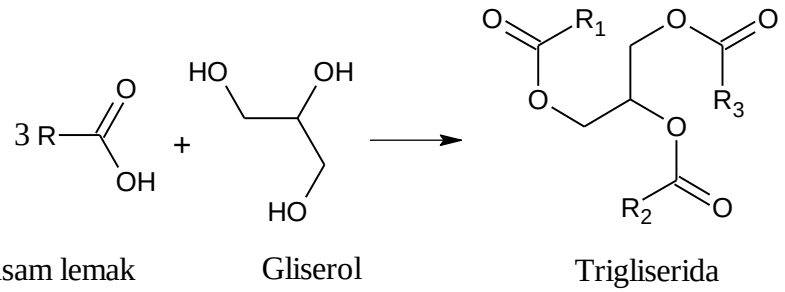
1.5 Manfaat

Adapun manfaat pada penelitian ini adalah diharapkan dapat menghasilkan minyak ikan murni yang memiliki kualitas mutu yang lebih baik.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak dan Lemak

Lemak dan minyak adalah suatu trigliserida atau triasilgliserol, yaitu triester dari gliserol dan asam lemak. Dalam minyak dan lemak terdapat tiga gugus hidroksil molekul gliserol yang berada dalam ikatan ester dengan gugus karboksilat dari asam lemak (Gambar 2.1).



asam lemak Gliserol Trigliserida

Gambar 2.1. Reaksi pembentukan trigliserida (Fessenden, 1997).

Berdasarkan gambar 2.1 menunjukkan bahwa terbentuknya trigliserida dikarenakan adanya gliserol berikatan dengan asam lemak. Gliserol yang memiliki 3 atom C, dimana tiap atom C memiliki memiliki gugus OH dapat mengikat 1 sampai 3 asam lemakdan membentuk ester.

Perbedaan antara suatu lemak dan minyak adalah pada temperatur kamar lemak berbentuk padat dan minyak bersifat cair. Lemak dan minyak adalah bahan-bahan yang tidak larut dalam air. Sebagian besar minyak ikan terdiri dari gliserida dan sebagian kecil terdiri dari fosfolipid. Sebagian besar fosfolipid dalam ikan laut adalah lesitin dan sefalin (Estiasih, 2009).

2.2 Minyak Ikan

Minyak ikan merupakan salah satu jenis minyak yang mempunyai kandungan asam lemak tak jenuh lebih tinggi dibandingkan kandungan asam lemak jenuhnya. Bila dibandingkan hewan darat, maka lemak pada hewan air memiliki komposisi asam lemak yang lebih kompleks yang terdiri atas semua kisaran asam lemak jenuh dari C-14 sampai C-22 dan asam lemak tak jenuh dari satu hingga enam ikatan rangkap. Keberadaan asam lemak tak jenuh ini dapat mengakibatkan ikan mudah mengalami oksidasi sehingga akan menyebabkan ketengikan.

Sifat-sifat kimia dari minyak ikan secara umum adalah mudah teroksidasi oleh udara, mudah terhidrolisa (bersifat asam), dapat tersabunkan dan berpolimerisasi. Sedangkan sifat-sifat fisika minyak ikan adalah mempunyai berat jenis yang lebih kecil daripada berat jenis air, membiaskan cahaya dengan sudut yang spesifik, mempunyai derajat kekentalan tertentu dan berwarna kuning emas (Swern, 1982).

Berdasarkan kadar lemak dan protein dalam tubuh ikan, jenis-jenis ikan dikelompokkan menjadi beberapa katagori seperti yang ditunjukkan pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Jenis Ikan Berdasarkan Kadar Lemak dan Protein

Jenis	Jenis Ikan	Contoh	Komposisi (%)		
			Air	Protein	Lemak
A	Rendah minyak-tinggi protein (<5%) (15-20%)	Kod pacific	81,5	17,9	0,6
B	Minyak sedang-tinggi protein (5-15%) (15-20%)	Mackerel	67,5	18	13
C	Tinggi minyak-rendah protein (>15%) (<15%)	Forel (Trout)	52,5	11,3	36
D	Rendah minyak-tinggi protein (<5%) (>20%)	Tuna skipjack	72,4	26,2	0,7
E	Rendah minyak-rendah protei (<5%) (<15%)	Butter clams	83	13,3	1,3

Sumber. Stansby (1982)

Komposisi minyak ikan berbeda dengan minyak nabati dan lemak hewan darat. Minyak ikan pada umumnya mempunyai komposisi asam lemak dengan rantai karbon panjang dan ikatan rangkap yang banyak. Selain itu minyak ikan juga memiliki jenis asam lemak yang lebih beragam dengan asam lemak yang dominan adalah asam lemak dengan jumlah atom karbon 20 (C20) dan 22 (C22) yang bersifat tak jenuh karena memiliki ikatan rangkap pada molekulnya, (Estiasih, 2009).

Beberapa jenis ikan laut memiliki kandungan EPA dan DHA yang berbeda. Kadar EPA dan DHA yang pernah diamati oleh Stansby (1982) dapat dilihat dari tabel 2.2

Tabel 2.2 Kadar Asam Lemak Omega-3 dari Beberapa Jenis Ikan (100gr daging)

Jenis Ikan	Kadar lemak	Asam arakhidonat (gr)	EPA (gr)	DHA (gr)
Tuna	6,8	0,14	0,63	1,70
Hering	6,2	0,03	0,33	0,58
Mackerel	9,8	0,12	0,85	1,10
Salmon	13,2	0,06	1,00	0,72
Cod	0,73	0,02	0,08	0,15
Sardine	10,2	0,22	1,7	0,64

Sumber. Stansby (1982)

Salah satu keuntungan mengkonsumsi minyak ikan yang mengandung omega-3 adalah dapat menurunkan kadar kolesterol dalam serum darah maupun hati manusia., dimana kolesterol tersebut dibuat oleh tubuh dari asam-asam lemak jenuh yang berasal dari diet. Bila konsumsi lemak jenuh berlebih maka hati akan terus memproduksi kolesterol yang akan ditimbun dalam tubuh dan diedarkan dalam darah. Kolesterol plasma merupakan salah satu penyebab penyakit jantung koroner.

Substitusi asam lemak tidak jenuh, khususnya omega-3 akan mengurangi kolesterol dalam darah (Pigot dan Tucker, 1987).

2.3 Minyak Hasil Samping Pengalengan Ikan

Pada proses pengolahan ikan seperti pengalengan dan penepungan ikan akan menghasilkan fraksi cair dari hasil samping pengolahan yang mengandung minyak ikan. Pada industri pengalengan ikan, limbah biasanya ditampung dan dipisahkan berdasarkan fraksi-fraksinya dengan cara dekantasi selama waktu tertentu. Fraksi bawah biasanya berisi air dan padatan, sedangkan fraksi atas berisi minyak, fraksi miyak tersebut nantinya akan dijual.

Secara fisik, warna minyak hasil samping pengalengan ikan yang masih baru akan berwarna jingga. Akan tetapi jika didiamkan dalam waktu tertentu warna minyak akan berubah menjadi kecoklatan dan keruh. Kerusakan minyak tersebut selain mengubah warna juga dapat meningkatkan kandungan asam lemak bebas dan bilangan peroksida.

Minyak hasil samping pengalengan ikan lemuru jika diambil dalam keadaan baru, memiliki mutu yang sangat baik seperti yang disebutkan dalam tabel 2.3.

Tabel 2.3 Panduan Mutu Minyak Ikan Kasar

Parameter Mutu	Kadar
Kadar air dan kotoran (%)	0,5-1
Asam lemak bebas	2-5 %
Tembaga, ppm	< 0,3
Besi, ppm	0,5-7,0
Bilangan Iodin	160-200
Bilangan peroksida, mek/g	3-20

Sumber: Young (1986)

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 ($C_{16}H_{22}O_2$) 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).

Salah satu asam lemak penyusun ikan lemuru adalah asam lemak omega-3 yang berjenis EPA dan DHA dengan kadar keberadaan dalam ikan lemuru sesuai dengan musim, asal, dan proses pengolahan (Yuanizal, 1998). Adapun profil asam lemak dari minyak ikan hasil samping pengalengan dapat dilihat pada table 2.4.

Tabel 2.4 Profil Asam Lemak dari Minyak Ikan Hasil Samping Pengalengan

Jenis asam lemak	Konsentrasi
C14:0	15,77
C16:0	25,46
C16:1	17,80
C18:0	-
C18:1 ω-9	-
C18:2 ω-6	5,29
C18:3 ω-3	0,31
C20:0	-
C20:5 ω-3 EPA	20,52
C22:1	-
C22:6 ω-3 DHA	14,80
EPA + DHA	35,02

Sumber: Sari, 2005

2.4 Pemurnian Minyak ikan

Minyak ikan dari limbah mengandung beberapa komponen yang termasuk gliserida dan nongliserida. Sebagian besar komponen minyak ikan adalah trigliserida sebagai komponen utama. Trigliserida dan gliserida lainnya (monogliserida dan digliserida) merupakan komponen yang termasuk dalam fraksi tersabunkan, artinya dengan adanya penambahan alkali dapat membentuk sabun pada minyak. Komponen lainnya merupakan komponen minor yang merupakan komponen nongliserida, dimana komponen ini tidak dapat tersabunkan oleh alkali. Komponen minor tersebut antara lain fosfolipid, sterol, ester lilin, dan sejumlah kecil ikan mengandung diasilgliseril ester (Estiasih, 2009).

Untuk menghilangkan komponen yang tidak diinginkan atau dikenal dengan pengotor dapat dilakukan pemurnian. Pada dasarnya tujuan utama dari pemurnian minyak ikan adalah untuk menghilngkan kotoran, lendir, rasa,bau yang tidak disuka, warna yang tidak menarikdan memperpanjang masa simpan minyak sebelum dikonsumsi atau digunakan dalam industri pangan atau pakan (Ketaren, 1986).

Menurut Ketaren (1986) pada umumnya pemurnian minyak dapat dilakukan melalui tahap proses sebagai berikut

a. Pemisahan bahan berupa suspensi dan dispersi koloid dengan cara penguapan, degumming dan pencucian dengan asam.
b. Pemisahan asam emak bebas dengan cara nertalisasi.
c. Dekolorisasi dengan proses pemucatan.
d. Deodorisasi.
e. Pemisahan gliserida jenuh (stearin) dengan cara pendinginan (chilling).

Salah satu perlakuan pendahuluan yang umum dilakukan terhadap minyak yang akan dimurnikan adalah proses pemisahan gum (degumming). Pemisahan gum merupakan suatu proses pemisahan getah atau lendir yang terdiri dari fosfatida, sisa protein, karbohidrat, dan air tanpa mengurangi jumlah asam lemak yang terdapat

dalam minyak. Bahan kimia yang biasa digunakan pada tahap degumming adalah larutan garam dan asam lemah seperti asam fosfat (Ketaren, 1986). Prinsip degumming adalah hidrasi fosfatida dan mengurangi ion terutama Fe dan Cu untuk memperbaiki stabilitas. Hidrasi dilakukan dengan penambahan air. Pada proses ini, fosfatida dan gum menjadi tidak larut dalam minyak. Adanya fosfatida dalam minyak akan menyebabkan minyak berubah warna menjadi coklat ketika terjadi pemanasan. Degumming dilakukan dengan menambahkan air sebanyak 75% dari kadar fosfatida dalam minyak yang umumnya berkisar 1-1,5%. Suhu yang digunakan pada proses degumming tidak terlalu tinggi, sekitar 50-80^{0}C. Pada prinsipnya suhu yang digunakan adalah suhu saat viskositas minyak cukup rendah untuk memudahkan fosfatida terhidrasi. Setelah proses hidrasi selesai, fosfatida dan gum yang terhidrasi dipisahkan dari minyak dengan cara sentrifugasi (Estiasih, 2009).

Koagulasi kotoran yang terbentuk koloid lebih mudah dilakukan dengan menaikkan temperatur minyak sekitar 32.2-48.9^{o}C selama setengah jam (Swern, 1979). Pada prakteknya pemisahan gum sering dilakukan pada suhu sekitar 80^{o}C, 130-160^{o}C atau 32-50^{o}C dengan penambahan air atau uap selama setengah jam. Penambahan uap dapat dilakukan secara langsung ataupun tidak langsung, atau kombinasi keduanya. Selama proses berlangsung juga ditambahkan NaCl atau asam mineral pekat untuk mempercepat koagulasi, dan didiamkan selama 2-3 jam. Selanjutnya minyak dipisahkan dari endapan kotoran dengan sentrifusi atau filter press.

Proses pemisahan gum dilakukan sebelum proses netralisasi dengan tujuan:

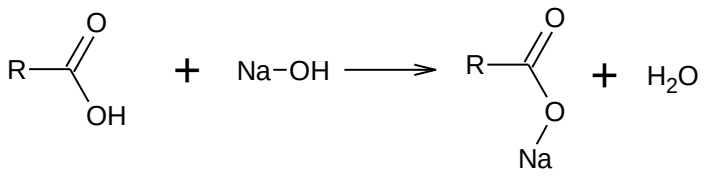
a. Sabun yang terbentuk dari hasil reaksi asam lemak bebas dengan kaustik soda pada proses netralisasi akan menyerap gum (getah dan lendir) sehingga menghambat proses pemisahan sabun (*soap stock*) dari minyak.
b. Netralisasi minyak yang masih mengandung gum akan menambah partikel emulsi dalam minyak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

Setelah proses degumming, dilakukan proses netralisasi. Netralisasi adalah suatu proses untuk memisahkan asam lemak bebas dari minyak atau lemak, dengan cara mereaksikan asam lemak dengan basa atau pereaksi lain sehingga membentuk sabun (Ketaren,1986). Kotoran yang akan dibuang dalam netralisasi adalah asam lemak bebas, fosfatida, ion logam, zat warna, karbohidrat protein, hasil samping oksidasi, hidrokarbon, dan zat padat.

Pemurnian dengan menggunakan alkali dapat memberi hasil yang sempuna untuk menghilangkan asam lemak bebas yang diubah menjadi sabun yang tidak larut dalam minyak. Selain itu senyawa lain yang bersifat asam juga dapat larut dalam alkali, sehingga komponen lain yang tidak dapat larut dalam minyak akan terserap pada fraksi tersabunkan sehingga dapat dihilangkan (Estiasih, 2009).

Pada proses pemurnian minyak dengan menggunakan alkali dapat berlangsung melalui tahapan proses. Proses pertama adalah tahap pencampuran minyak dengan larutan alkali dn diaduk dalam waktu yang telah ditentukan. Tahap kedua dilakukan dengan setelah terjadinya reaksi antara asam lemak dan alkali yang disebut dengan hidrasi. Hal ini bertujuan untuk memudahkan pemisahan fraksi tersabunkan dan fraksi tidak tersabunkan, setelah itu fraksi tersebut dipisahkan (Estiasih, 2009).

Netralisasi menggunakan kaustik soda banyak dilakukan dalam industri karena lebih efisien dan lebih murah dibandingkan dengan cara netralisasi lainnya. Selain itu menggunakan kaustik soda dapat membantu dalam mengurangi zat warna dan kotoran minyak. Hidrolisis trigliserol oleh KOH ataupun NaOH yang disebut dengan reaksi penyabunan dapat menghasilkan campurkan sabun K^+ atau Na^+ dan gliserol. Reaksi penyabunan pada proses netralisasi dapat dilihat pada Gambar 2.2:



Gambar 2.2 Reaksi Penyabunan (Ketaren,1986)

Pada proses hidrasi, air yang ditambahkan tidak boleh berlebihan, apabila hal itu terjadi maka akan membentuk emulsi karena sabun yang tebentuk bersifat sebagai surfaktan dapat menstabilkan emulsi. Akan tetapi jika jumlah air yang ditambahkan terlalu sedikit maka proses hidrasi tidak berjalan sempurna sehingga masih banyak pengotor-pengotor yang masih tertinggal dalam pada proses hidrasi (Estiasih, 2009).

Setelah proses hidrasi selesai, maka dilakukan pemisahan antara fraksi tersabunkan dan fraksi tidak tersabunkan. Hal ini dapat dilakukan dengan cara dekantasi dengan waktu tetentu. Prinsip pemisahan dari dekantasi didasarkan pada perbedaan bobot jenisnya. Pada bagian paling bawah terdapat air dari hasil hidrasi, bagian tengah adalah fraksi tersabunkan, dan bagian paling atas adalah minyak. Dikarenakan membutuhkan waktu yang cukup lama, teknik ini kurang maksimal jika digunakan untuk pemisahan pada minyak ikan karena dalam minyak ikan terkandung beberapa asam lemak tak jenuh yang mudah teroksidasi (Estiasih, 2009).

Warna pada minyak ikan dari limbah hasil pengolahan ikan masih tidak menarik. Hal ini dapat disebabkan karena asam lemak bebas yang bereaksi membentuk senyawa berwarna, adanya logam Fe dapat mempercepat terjadinya perubahan warna tersebut. Oeh karena itu dilakukan bleaching atau pemucatan untuk memperbaiki warna minyak tersebut. Pemucatan ialah suatu tahap proses pemurnian minyak yang bertujuan untuk menghilangkan warna yang tidak disukai pada minyak (Ketaren, 1986).

Pemucatan pada dasarnya merupakan proses adsorbsi yang tidak hanya berperan untuk mengurangi kekeruhan warna pada minyak, tetapi juga mengurangi

komponen lainnya seperti aroma, senyawa bersulfur, dan logam-logam berat. Selain itu pemucatan juga dapat mengurangi produk hasil oksidasi lemak, seperti peroksida, aldehida dan keton (Estiasih, 2009).

Proses pemucatan ini dilakukan dengan pemanasan 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).

Jenis bahan pemucat yang sering digunakan adalah lempung karena mengandung mineral alumunium silika. Jenis adseorben yang masuk dalam tanah pemucat antara lain bentonit, arang aktif, zeolit, atapulgit, dll. Bahan pemucat yang biasa digunakan adalah tanah pemucat atau *bleaching earth* yang digunakan untuk pemucatan minyak atau lemak . Tanah pemucat yang sudah diaktivasi dijual di pasaran dalam berbagai tingkatan derajat aktivasi dari netral sampai asam. *Bleaching earth* berwarna dasar putih dengan sedikit kecoklatan atau kemerahan atau kehijauan tergantung dari jenis dan jumlah mineral-mineralnya. Selain itu bleaching earth bersifat sangat lunak, ringan, dan mudah menyerap air. Daya pemucat *bleaching earth* disebabkan karena ion Al^{3+} pada permukaan partikel adsorben dapat mengadsorpsi partikel zat warna. Daya permukaan tersebut tergantung dari perbandingan komponen SiO_2 dan Al_2O_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 Ikan

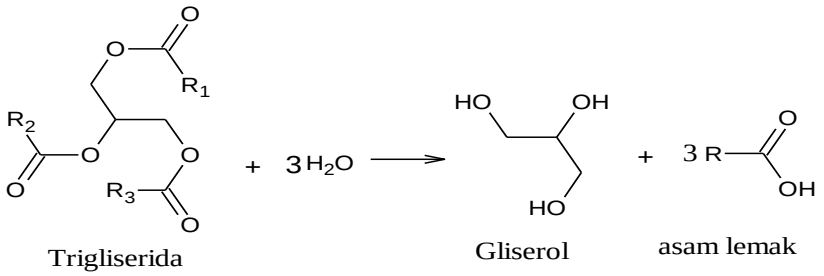
2.5.1 Titik Keruh

Titik keruh merupakan suatu keadaan dimana minyak dengan fase cair berubah menjadi fase padat. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui adanya

campuran atau bahan pengotor yang terdapat dalam minyak, (Ketaren, 1986). Titik keruh minyak dapat ditentukan dengan mengukur suhu minyak pada saat minyak atau lemak cair berubah menjadi padat dengan penambahan pelarut dan pemanasan. Pengujian ini dinamakan uji Crismer atau valenta.

2.5.2 Asam Lemak Bebas

Salah satu penyebab kerusakan minyak adalah adanya kandungan asam lemak bebas yang disebabkan karena adanya proses hidrolisis pada minyak. Keberadaan asam lemak bebas dijadikan sebagai salah satu indikator adanya kerusakan pada minyak. Adanya sejumlah air pada minyak menyebabkan ketengikan yang dapat menghasilkan bau tidak sedap. Asam lemak bebas lebih mudah teroksidasi jika dibandingkan dalam bentuk esternya. Adapun reaksi terbentuknya asam lemak babas tertera pada gambar 2.3.

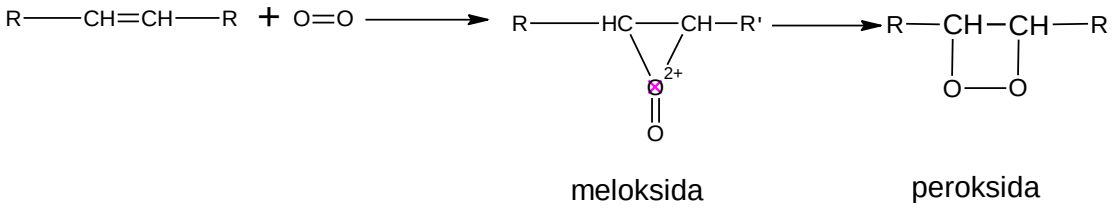


Gambar 2.3. Reaksi pembentukan asam lemak bebas

2.5.3 Bilangan Peroksida

Mutu dari minyak ikan dapat diketahui dari rasa dan aromanya. Salah satu indicator adanya kerusakan minyak selain asam lemak bebas adalah adanya peroksida. Peroksida merupakan senyawa yang diakibatkan karena adanya oksidasi minyak oleh udara bebas. Bilangan peroksida adalah nilai yang digunakan untuk menentukan derajat kerusakan pada minyak atau lemak. Peroksida dapat terjadi karena adanya ikatan rangkap pada minyak yang mengikat oksigen dari udara sekitar. Semakin tinggi bilangan peroksida maka semakin tinggi pula tingkat

kerusakan minyak. Adanya peroksida dalam minyak dapat ditentukan dengan metode iodometri, (Ketaren, 1986). Secara umum reaksi pembentukan peroksida pada minyak seperti pada gambar 2.4.



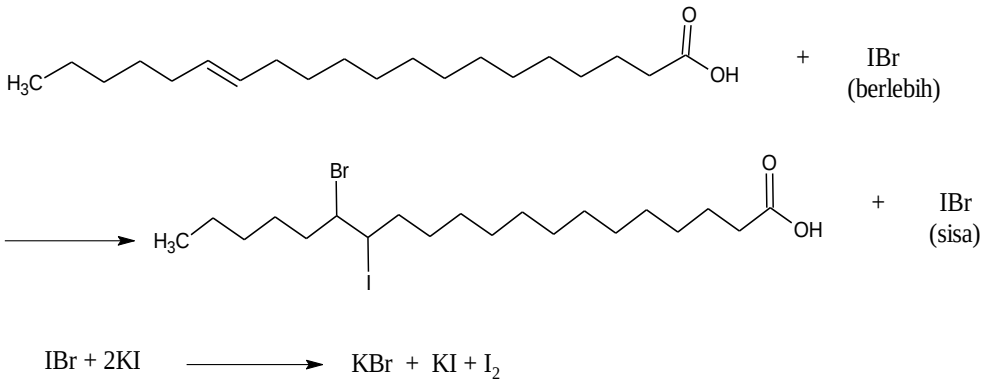
Gambar 2.4. Reaksi pembentukan peroksida

2.5.4 Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan merupakan jumlah alkali yang dibutuhkan untuk menyabunkan sejumlah minyak. Besar kecilnya bilangan penyabunan tergantung pada berat molekul yang ada pada minyak. Semakin besar bilangan penyabunan yang dihasilkan maka minyak memiliki berat molekul yang lebih rendah. Sedangkan minyak dengan berat molekul yang lebih tinggi akan memiliki nialai bilangan penyabunan yang lebih kecil, (Ketaren, 1986).

2.5.5 Bilangan Iod

Bilangan iod menunjukkan adanya ikatan rangkap yang terdapat pada minyak. Asam lemak tak jenuh dalam minyak mampu berikatan dengan iod dan membentuk asam lemak jenuh. Derajat ketidakjenuhan pada minyak dapat dilihat dari besar kecilnya bilangan iod pada minyak tersebut. Semakin besar bilangan iod minyak maka semakin banyak asam lemak tak jenuh yang terdapat pada minyak, dan semakin kecil bilangan iod pada minyak menunjukkan bahwa minyak memiliki asam lemak jenuh lebih besar dari pada asam lemak tak jenuhnya. Reaksi adisi yang terjadi antara iod dan minyak dapat dilihat pada gambar 2.5.



Gambar 2.5. Reaksi adisi iod dengan minyak

Bilangan iodin juga berguna sebagai penunjuk bentuk dari minyak atau lemak, lemak dengan bilangan iodin yang tinggi biasanya berwujud cair, sedangkan yang memilki bilangan iodin yang rendah biasanya berwujud padat. Selama proses produksi lemak atau minyak, dengan meningkatnya proses hidrogenasi, bilangan iodin menurun (Lawson, 1985).

Penentuan bilangan iod dapat dilakukan dengan beberapa metode. Salah satu metode yang sering digunakan adalah metode Hanus. Prinsip penentuan bilangan iodine dengan cara Hanus adalah dengan penambahan larutan iod bromida dalam campuran asam asetat dan kloroform kedalam jumlah tertentu. 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).

2.6 Analisis Asam Lemak dengan GC-MS

Kromatografi Gas merupakan suatu metode pemisahan komponen dimana cuplikan berkesetimbangan diantara 2 fasa, yaitu fasa gerak sebagai pembawa cuplikan dan fasa diam sebagai penahan cuplikan secara selektif. 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, menginjeksikan sampel kedalam injektor. Aliran gas dari gas pengangkut akan membawa sampel yang diuapkan 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, lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation. Ion-ion molekul, 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 Waktu dan Tempat 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 Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

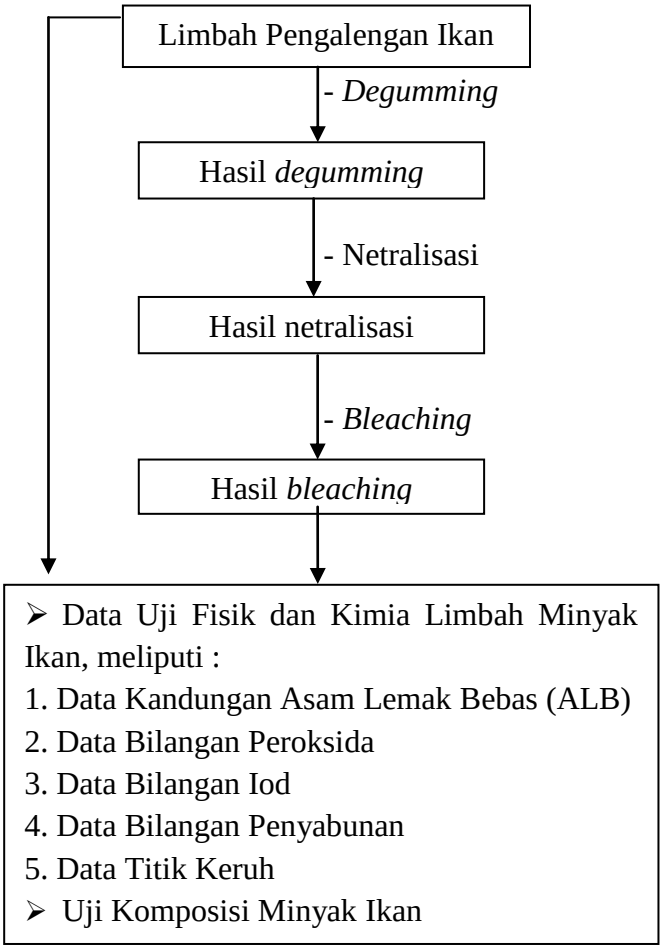
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain meliputi peralatan glass, neraca analitik, kompor listrik, aluminium foil, *whatman 42*, seperangkat alat kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (KG-SM).

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan baku yang digunakan pada penelitian adalah minyak dari limbah hasil pengalengan ikan di Muncar, Banyuwangi. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian meliputi larutan NaOH, KOH, *bleaching earth*, aquades, asam asetat glasial, kloroform, larutan KI jenuh, larutan KI 15%, $Na_2S_2O_3$, indikator amilum, indikator phenolptalein, HCL, pereaksi Hanus.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Digram Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian berasal dari limbah cair proses pengalengan ikan di Muncar, Banyuwangi. Limbah cair yang terdapat dalam bak penampung diambil lapisan bagian atas (minyak).

3.4.2 Uji Karakteristik Fisik dan Kimia Minyak Ikan sebelum Pemurnian

Uji karakterisasi pada limbah cair hasil pengalengan ikan dilakukan sebelum proses pemurnian. Adapun karakterisasi yang akan dilakukan yaitu mengukur kandungan asam lemak bebas, bilangan peroksida, bilangan iod, bilangan penyabunan, dan uji titik keruh limbah pengalengan ikan. Sampel limbah cair sebelum pemurnian juga dianalisis kandungan komponen asam lemaknya menggunakan GC-MS.

3.4.3 Pemurnian Minyak Ikan

Pada penelitian ini ada beberapa tahap yang harus dilakukan untuk memurnikan minyak dari limbah cair pengalengan ikan, antara lain *degumming*, netralisasi, *bleaching*. Pada proses netralisasi dilakukan dengan menvariasikan larutan alkali yang digunakan. Jenis alkali yang digunakan KOH dan NaOH dengan konsentrasi masing-masing 10^{o}Be, 14^{o}Be, 18^{o}Be.

a. *Degumming*

Limbah cair berupa minyak ditimbang sebanyak 300 gram dan dipanaskan sampai suhu 70ºC. Kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah dan ditambahkan aquades hangat sebanyak 15% volume minyak. Setelah itu akan terbentuk tiga lapisan yaitu minyak kotor, *gum*, dan air. Kemudian minyak hasil *degumming* dipisahkan dari air dan *gum*.

b. Netralisasi

Minyak yang dihasilkan dari proses *degumming* di uji bilangan ALB dan ditimbang. Kemudian minyak dipanaskan sampai suhunya 70ºC dan ditambahkan alkali yang ditentukan (Tabel 3.1) sesuai dengan perhitungan (lampiran C). Selanjutnya minyak dimasukkan ke dalam corong pisah lalu ditambah dengan aquades hangat sebanyak 5% dari berat minyak. Setelah terbentuk dua lapisan pada minyak yaitu minyak hasil netralisasi dan sabun, kemudian sabun dipisahkan dari minyak hasil netralisasi.

Tabel 3.1 Perlakuan Netralisasi dengan Variasi Jenis dan Konsentrasi alkali

Jenis Pelarut	Konsentrasi (ºBe)
NaOH	10
	14
	18
KOH	10
	14
	18

c. Bleaching (pemucatan)

Minyak hasil proses *netralisasi* ditimbang dan diuji bilangan ALB, setelah itu minyak netral dipanaskan pada suhu 90ºC. Kemudian ditambahkan *bleaching earth* sebanyak 1% dari bobot minyak hasil *netralisasi* dan diaduk selama 5 menit. Minyak disaring dengan kertas *whatman 42*. Minyak murni yang didapat lalu diuji karakteristik fisik kimia dan komposisi asam lemak dari minyak hasil pemurnian.

3.4.4 Uji Komposisi dan Karakteristik Fisik dan Kimia Minyak Ikan setelah Pemurnian

1. Uji Asam Lemak Bebas (ALB)

Sebanyak 10 gram minyak ditambahkan 25 ml alkohol 95% ke dalam erlenmeyer 200 ml, dipanaskan di dalam penangas air selama 10 menit, kemudian campuran tersebut ditetesi indikator PP sebanyak 2 tetes dan dititrasi dengan KOH 0.1 N hingga timbul warna pink yang tidak hilang dalam 10 detik.

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

ALB= Asam Lemak Bebas

A = Jumlah titrasi KOH (ml)

N = Normalitas KOH

G = gram contoh

M = Bobot molekul asam lemak dominan (Sudarmadji, 1984).

2. Uji Bilangan Peroksida

Sebanyak 5 gram minyak hasil pemurnian dilarutkan ke dalam 30 ml larutan asam asetat glasial dan kloroform (3:2). Setelah minyak larut, kemudian ditambahkan 0,5 ml larutan KI jenuh sambil dikocok dan didiamkan selama 2 menit di ruang gelap. Lalu diencerkan dengan aquades sebanyak 30 ml dan ditambahkan 3 tetes indikator amilum 1%. Titrasi dengan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N sampai warna biru hilang. Untuk analisis blanko dilakukan dengan metode yang sama, dengan menggunakan aquades sebagai pengganti minyak.

$$Bilangan\ Peroksida = \frac{(S - B) \times N \times 8 \times 100}{G}$$

S = ml titer untuk contoh

B = ml titer untuk blanko

N = normalitas untuk $Na_2S_2O_3$

8 = setengah dari berat molekul oksigen

G = berat contoh (AOAC, 1984).

3. Uji Bilangan Iod

Uji bilangan iod dilakukan dengan mengambil sampel sebanyak 0.5 gr dimasukkan dalam erlenmeyer bertutup, kemudian ditambahkan 20 ml kloroform dan 25 ml reagen Hanus serta didiamkan selama 30 menit di ruang gelap sambil sesekali dikocok. Selanjutnya ditambahkan 10 ml KI 15% dan diencerkan dengan 100 ml aquades. Titrasi dilakukan dengan Natriumthiosulfat 0,1 N sampai warna berubah menjadi kuning muda, kemudian ditambahkan indikator amilum 1% sebanyak 3 tetes kemudian titrasi lagi sampai warna biru hilang. Perhitungan bilangan iod sebagai berikut :

$$\text{Bilangan iod} = \frac{ml\ titran\ (blanko\ -conto\ h) \times \mathrm{NNa\,2S2O3} \times 12{,}691}{gr\ conto\ h}$$

Analisis terhadap blanko dilakukan dengan cara yang sama. Sampel diganti dengan akuades sebagai blanko (Sudarmadji, 1984).

4. Bilangan Penyabunan

Angka penyabunan adalah banyaknya miligram KOH/NaOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gram minyak atau lemak. 5 gr minyak dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan 50 ml KOH 0,5 N. Didihkan minyak dan KOH sampai bercampur homogen. Setelah dingin ditambahkan 3 tetes indikator PP dan titrasi kelebihan KOH dengan larutan standar 0,5 N HCl sampai warna merah jambu hilang. Metode ini dilakukan terhadap blangko.

Perhitungan : $\frac{28{,}05\times(titrasi\ \ blangko\ -titrasi\ \ sampel\ )}{berat\ \ sampel\ (g)}$

(Ketaren, 1986).

5. Uji Titik Keruh

Minyak murni ditambahkan dengan asam asetat, dan dipanaskan sampai minyak larut sehingga larutan menjadi bening. Kemudian diamkan dan dicatat temperatur dimana minyak murni mulai mengeruh, (Ketaren, 1986).

3.4.5 Uji Komposisi Asam Lemak setelah Pemurnian

Untuk uji komposisi asam lemak dari minyak ikan dilakukan dengan 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 perlu dilakukan pemurnian. Pemurnian diawali dengan proses *degumming* menggunakan aquades hangat (30^0C), yang bertujuan menghilangkan gum yang terdiri dari fosfatida, residu, dan air. Tahap kedua dari pemurnian adalah netralisasi dengan menggunakan variasi jenis alkali dan konsentrasi alkali. Jenis alkali yang digunakan dalam penelitian adalah kalium hidroksida dan natrium hidroksida dengan konsentrasi masing-masing sebesar 10^0Be, 14^0Be, 18^0Be (lampiran C). Tahap akhir pemurnian minyak adalah *bleaching* atau pemucatan. *Bleaching* bertujuan untuk memperbaiki warna minyak dan mengurangi kadar asam lemak bebas yang masih tersisa dari proses netralisasi. Jenis adsorben yang digunakan dalam penelitian ini adalah *bleaching earth* sebesar 1% dari berat minyak hasil netralisasi.

Sebelum dilakukan pemurnian, dilakukan analisa pendahuluan pada limbah pengalengan ikan. Analisa pendahuluan dilakukan bertujuan untuk mengetahui karakteristik awal sampel mulai dari sifat fisik, kimia, dan komposisi asam lemak yang terdapat dalam limbah hasil pengalengan ikan. Karakteristik fisik dan kimia yang diukur dalam penelitian ini meliputi titik keruh, bilangan ALB, bilangan penyabunan, bilangan iod, dan bilangan peroksida.

4.1 Karakteristik Fisik dan Kimia Limbah dan Minyak Ikan setelah Pemurnian

4.1.1 Bilangan Peroksida

Uji bilangan peroksida pada minyak ditujukan untuk melihat besarnya kandungan hidroperoksida. Semakin besar angka peroksida mengindikasikan bahwa minyak tersebut memiliki peningkatan kerusakan.

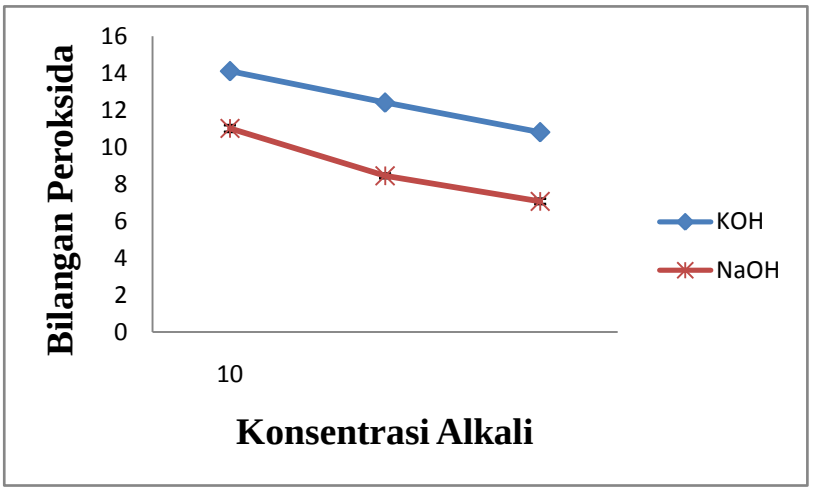
Setelah proses pemurnian bilangan peroksida pada minyak mengalami peningkatan dan penurunan jika dibandingkan dengan bilangan peroksida sebelum pemurnian. Hal ini dapat diakibatkan karena adanya pemanasan pada tiap tahap proses pemurnian yang dapat mempercepat proses oksidasi pada minyak dengan O_2. Hidroperoksida hasil dari proses oksidasi pada minyak dapat memecah ikatan rantai tak jenuh menjadi ikatan jenuh. Perbandingan kadar peroksida dalam minyak sebelum dan sesudah pemurnian disajikan pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandinga bilangan peroksida sebelum dan sesudah pemurnian

Alkali(^{0}Be)	Bil. Peroksida mg O_2/100g		Limbah mg O_2/100g
	KOH	NaOH	
10	14,1	11,0	9,78
14	12,4	8,44	
18	10,8	7,06	

Berdasarkan tabel 4.1 dapat diketahui bahwa setelah terjadi proses pemurnian terjadi penurunan bilangan peroksida pada hasil pemurnian menggunakan NaOH 14^0Be dan 18^0Be. Peningkatan bilangan peroksida pada hasil pemurnian terjadi pada minyak dengan menggunakan KOH pada semua konsentrasi dan NaOH 10^0Be jika dibandingkan dengan bilangan peroksida pada limbah.

Berdasarkan tabel 4.1 dapat dibuat suatu grafik yang menyatakan penbandingan dari bilangan peroksida setelah pemurnian yang dipengaruhi oleh alkali dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Grafik bilangan peroksida sesudah pemurnian

Hasil pengukuran bilangan peroksida setelah proses pemurnian menunjukkan bahwa pemurnian dengan menggunakan KOH dinyatakan kurang efektif untuk menurunkan kadar peroksida yang terdapat dalam minyak jika dibandingkan dengan limbah. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.1, kadar bilangan peroksida setelah pemurnian mengalami peningkatan jika dibandingkan dengan minyak sebelum pemurnian.

4.1.2 Bilangan Iod

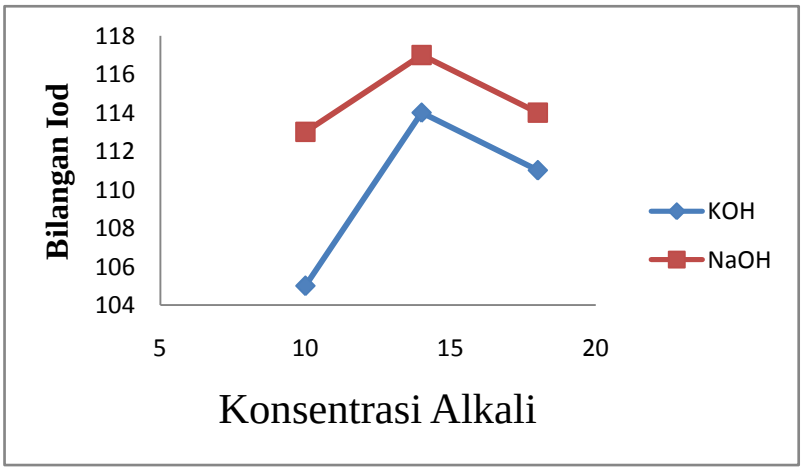
Analisis bilangan iod menunjukkan adanya derajat ketidakjenuhan pada asam lemak dalam minyak. Angka iod yang tinggi menunjukkan bahwa minyak tersebut mengandung asam lemak yang memiliki banyak ikatan rangkap. Ikatan rangkap yang terdapat dalam asam lemak yang tidak jenuh akan bereaksi dengan iod. Minyak yang mengandung asam lemak dengan ketidakjenuhan tinggi, akan mengikat iod dalam jumlah yang besar (Ketaren, 1986).

Perbedaan jenis dan konsentrasi dari alkali yang digunakan pada proses pemurnian berpengaruh terhadap bilangan iod dari minyak. Dari hasil penelitian bilangan iod pada minyak sebelum dan sesudah pemurnian mengalami peningkatan. Hal ini dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Bilangan iod sebelum dan sesudah pemurnian

Alkali(^{0}Be)	Bil. Iod mg/100g		Limbah mg/100g
	KOH	NaOH	
10	105	113	
14	114	117	102
18	111	114	

Berdasarkan tabel 4.2 menunjukkan suatu perbandingan bilangan iod pada limbah dan minyak hasil pemurnian. Peningkatan bilangan iod dari limbah dapat terjadi karena adanya proses pemurnian yang dapat menghilangkan senyawa pengotor yang terdapat pada minyak. Untuk memperjelas tabel 4.2, dapat digambarkan suatu grafik yang dapat memperjelas perbandingan bilangan iod setelah pemurnian yang dipengaruhi oleh peranan alkali yang digunakan saat proses netralisasi.



Gambar 4.2 Grafik bilangan iod sesudah pemurnian

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa nilai bilangan iod tertinggi pada masing-masing alkali yang digunakan adalah KOH dengan konsentrasi 14^0Be yaitu sebesar 114 mg/100g dan NaOH sebesar 117 mg/100g. Hal ini disebabkan karena semakin tingginya konsentrasi alkali maka akan semakin banyak senyawa yang tersabunkan pada proses netralisasi. Senyawa yang tersabunkan dapat berupa pengotor, asam lemak bebas ataupun asam lemak rantai pendek yang mengandung ikatan rangkap. Sehingga dapat disinyalir ikatan rangkap pada asam lemak ikut tersabunkan dan hilang pada proses pencucian.

4.1.3 Bilangan Penyabunan

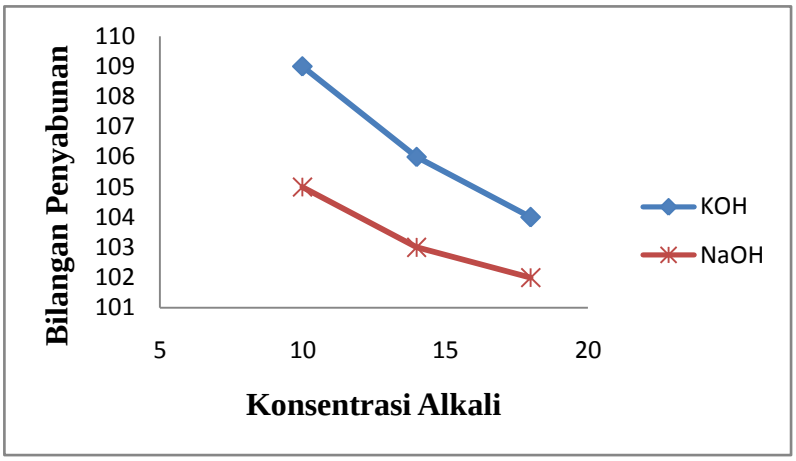
Bilangan penyabunan dari minyak menunjukkan besar kecilnya molekul asam lemak yang terkandung dalam minyak. Semakin besar bilangan penyabunan menunjukkan bahwa semakin pendek rantai C penyusun minyak dan sebaliknya semakin kecil bilangan penyabunan maka semakin panjang rantai C yang terdapat dalam minyak.

Dari hasil pengukuran bilangan penyabunan pada limbah didapatkan angka penyabunan sebesar 112. Dari data hasil perbandingan sebelum dan sesudah pemurnian limbah pengalengan ikan menunjukkan bahwa terjadi penurunan angka penyabunan pada minyak setelah pemurnian. Pada tabel 4.3 dapat dilihat angka penurunan bilangan penyabunan pada minyak sebelum dan sesudah pemurnian.

Tabel 4.3 Bilangan penyabunan sebelum dan sesudah pemurnian

Alkali	Bil. Penyabunan		Limbah
	KOH	NaOH	
10	110	105	
14	106	103	112
18	104	102	

Berdasarkan tabel 4.3 diketahui terjadi penurunan bilangan penyabunan pada minyak hasil pemurnian dapat diakibatkan karena terbuangnya asam lemak bebas pada proses pemurnian. Selain itu, pemanasan yang dilakukan pada setiap tahap dapat menyebabkan hidrolisis pada minyak. Suhu yang tinggi dan penambahan alkali akan berpengaruh terhadap pemutusan ikatan antar atom C dan menyebabkan ikatan komponen asam lemak yang terdapat pada minyak akan semakin memendek. Penurunan bilangan penyabunan setelah pemurnian dapat dilihat pada Gambar 4.3.



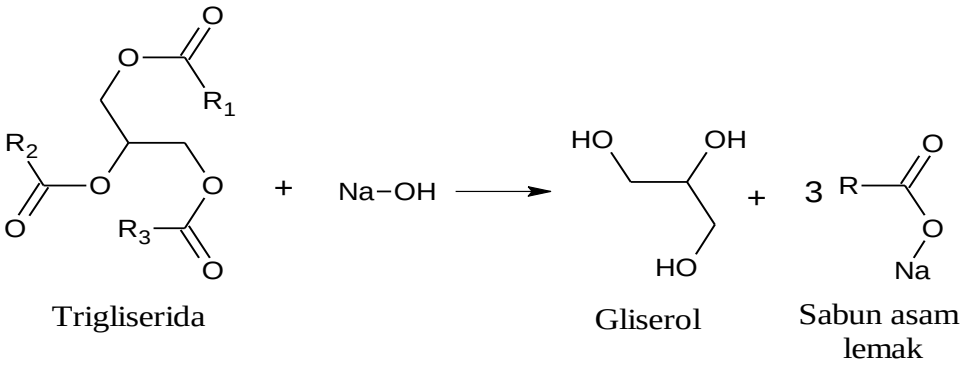
Gambar 4.3 Grafik bilangan penyabunan sesudah pemurnian

Berdasarkan gambar 4.3 menyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi alkali yang digunakan maka akan semakin rendah bilangan penyabunan yang dihasilkan. Pemurnian dengan penggunaan KOH ataupun NaOH dengan konsentrasi 18^0Be memiliki angka penyabunan yang relatif lebih kecil jika dibandingkan dengan 10^0Be dan 14^0Be. Sedangkan minyak yang memiliki angka penyabunan terendah terdapat pada penggunaan NaOH 18^0Be yaitu sebesar 102.

4.1.4 Bilangan Asam Lemak Bebas

Salah satu indikasi tingkat kerusakan minyak adalah tingginya kadar asam lemak bebas pada minyak. Penggunaan alkali sangat berpengaruh terhadap penurunan kadar asam lemak bebas. Sejumlah asam lemak bebas tersebut akan bereaksi dengan

alkali dan membentuk sabun. Selain menyabunkan asam lemak bebas, penggunakan alkali juga dapat menyabunkan monogliserid, digliserida, dan sebagian kecil trigliserida. Reaksi penyabunan pada trigliserida dalam minyak ditampilkan pada Gambar 4.4 .



Gambar 4.4 Reaksi penyabunan trigliserida

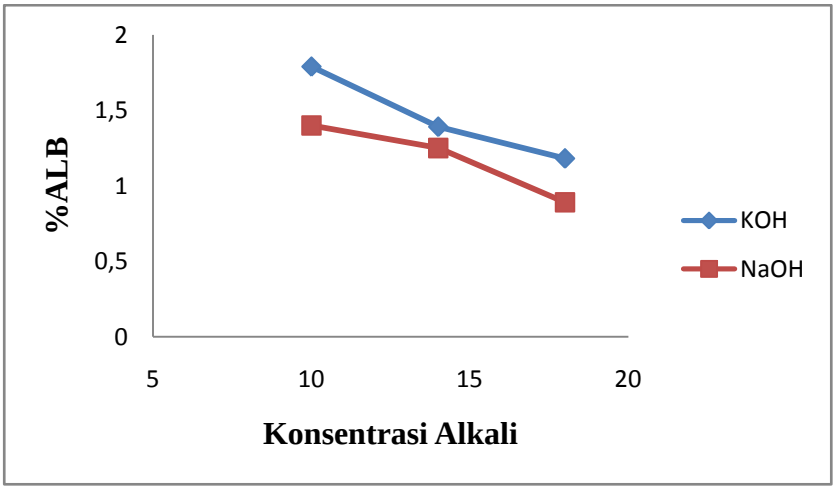
Asam lemak bebas (ALB) yang terdapat dalam limbah, terus mengalami penurunan seiring dengan berlangsungnya tiap tahap proses pemurnian. Kadar ALB dari tiap-tiap tahap dapat dilihat pada tabel 4.4 yang menunjukkan penurunan angka ALB yang diperoleh dari proses pemurnian.

Tabel 4.4. Kadar ALB minyak hasil pemurnian

Alkali (^{0}Be)	% ALB		Limbah %
	KOH	NaOH	
10	1,79	1,40	
14	1,39	1,25	4,66
18	1,18	0,89	

Berdasarkan Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa penurunan kadar ALB dapat dilihat dari data yang diperoleh pada limbah sebesar 4,66%, terjadi penurunan kadar ALB sampai 0,89% setelah terjadi proses pemurnian.

Penggunaan alkali saat proses netralisasi juga sangat berpengaruh terhadap penurunan kadar asam lemak bebas pada minyak hasil pemurnian. Reaksi penyabunan yang terjadi terhadap minyak dengan alkali terbukti dapat menurunkan asam lemak bebas hasil netralisasi. Peranan alkali dalam menurunkan asam lemak bebas sangat tergantung pada jenis dan konsentrasi alkali yang digunakan. Penggunaan KOH dan NaOH dapat dinyatakan cukup efektif dalam menurunkan asam lemak bebas minyak hasil netralisasi. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat dibuat suatu grafik yang menggambarkan penurunan kadar asam lemak bebas setelah netralisasi dan *bleaching* yang disajikan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Grafik %ALB minyak hasil pemurnian

Berdasarkan Gambar 4.5 diketahui bahwa penurunan nilai tertinggi kandungan ALB yaitu pada NaOH 18^0Be. Selain itu berdasarkan konsentrasi alkali yang digunakan yaitu 10^0Be, 14^0Be, 18^0Be dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi konsentrasi maka semakin rendah kandungan asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak. Dari kedua alkali yang digunakan yaitu KOH dan NaOH dapat diketahui

bahwa nilai penurunan asam lemak bebas terbanyak terdapat pada NaOH jika dibandingkan dengan KOH. Natrium hidroksida merupakan basa alkali yang lebih kuat dari KOH. Hal ini dapat dilihat dari sifat ion Na^+ yang memiliki kereaktifan lebih besar dari ion K^+, sehingga ion Na^+ akan lebih mudah berikatan dengan elektron dari asam lemak bebas untuk membentuk sabun.

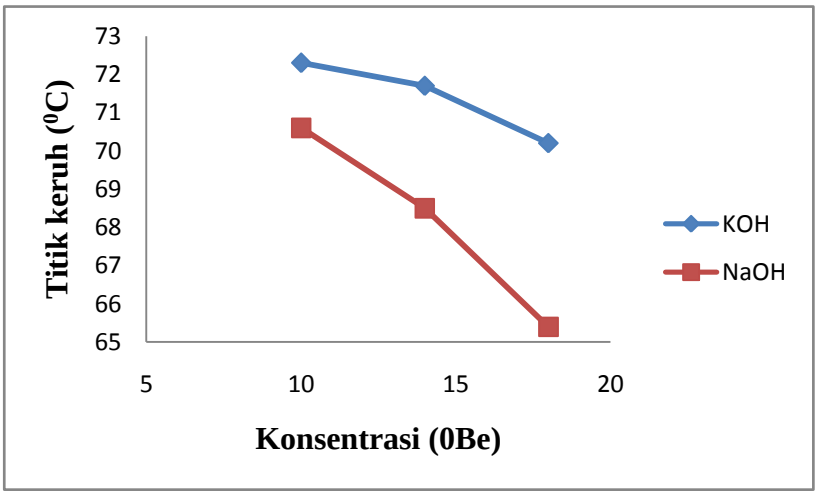
4.1.5 Titik Keruh

Pengujian titik keruh pada limbah hasil pemurnian dalam penelitian ditujukan untuk mengetahui tingkat kejernihan pada minyak tersebut. Semakin rendah titik keruh yang dihasilkan minyak maka mengindikasikan bahwa semakin tinggi tingkat kejernihan sehingga dapat meningkatkan mutu dari minyak. Data yang diperoleh pada uji kekeruhan menyatakan bahwa terjadi penurunan suhu titik keruh pada minyak hasil pemurnian jika dibandingkan dengan uji kekeruhan sebelum pemurnian.suhu titik keruh pada limbah yang didapat dari hasil pengukuran. Penurunan suhu titik keruh dapat dilihat pada tabel 4.5.

Tabel 4.5 Uji titik keruh minyak hasil pemurnian

Alkali	Titik Keruh (^{0}C)		Limbah(^{0}C)
	KOH	NaOH	
10	72,3	70,6	
14	71,7	68,5	73,3
18	70,2	65,4	

Berdasarkan suhu dari hasil pengukuran titik keruh pada sampel hasil pemurnian, terjadi penurunan suhu titik keruh jika dibandingkan dengan sampel sebelum dimurnikan. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Grafik titik keruh sesudah pemurnian

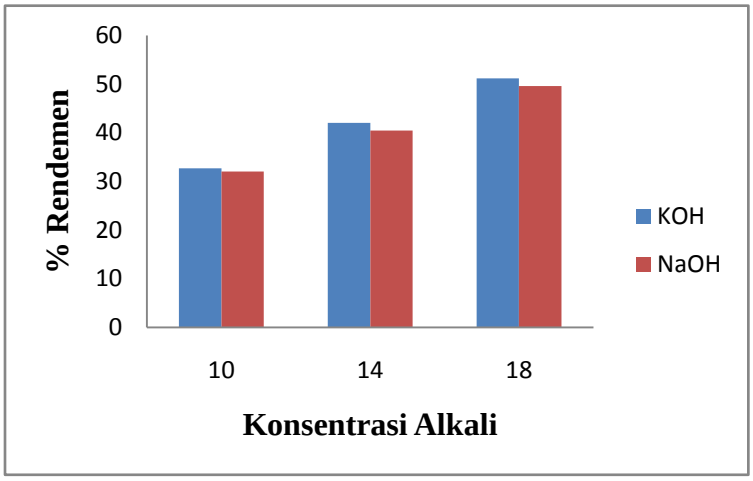
Berdasarkan Gambar 4.6 tampak bahwa jenis dan konsentrasi alkali berpengaruh terhadap titik keruh yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi yang digunakan maka semakin rendah titik keruh pada limbah hasil pemurnian. Pemurnian dengan penggunaan KOH meunjukkan bahwa pada konsentrasi 18^0Be memiliki titik keruh yang terendah jika dibandingkan dengan KOH pada konsentrasi 14^0Be dan 10^0Be. Hal ini sebanding dengan data hasil pemurnian dengan menggunakan NaOH. Penggunaan NaOH 18^0Be menghasilkan titik keruh yang paling rendah yaitu $65{,}4^0$C.

4.1.6 Rendemen

Penggunaan air hangat pada proses *degumming* bertujuan untuk mempermudah pengikatan gum oleh air sehingga mudah dipisahkan dari minyak dengan membentuk 3 lapisan. Lapisan tersebut terdiri dari minyak pada bagian atas, gum pada bagian tengah, dan air dibagian bawah (lampiran). Minyak yang didapat dari hasil proses *degumming* mengalami penurunan berat rendemen dari berat limbah awal. Rendemen hasil proses *degumming* mengalami penurunan sebesar 4,94%. 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.

Penggunaan alkali pada proses netralisasi juga berpengaruh terhadap penurunan rendemen pada minyak. Penurunan rendemen minyak setelah netralisasi terjadi karena banyaknya asam lemak bebas dan pengotor yang tersabunkan dalam minyak.

Penurunan rendemen hasil netralisasi seiring dengan penurunan grafik rendemen setelah proses *bleaching* (pemucatan) berlangsung. 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 4.7.



Gambar 4.7 Histogram rendemen minyak hasil pemurnian

Berdasarkan gambar 4.7 diketahui bahwa rendemen minyak paling rendah terdapat pada NaOH 10^0Be, sedangkan rendemen tertinggi diperoleh setelah perlakuan dengan menggunakan KOH 18^0Be. Hal ini dapat disimpulkan bahwa semakin rendah konsentrasi basa yang digunakan maka semakin banyak jumlah alkali yang ditambahkan sehingga sabun yang terbentuk lebih banyak.

4.2 Analisa Komposisi Asam Lemak dari Limbah dan Minyak Ikan setelah Pemurnian

Analisa komposisi asam lemak yang terdapat dalam limbah pengalengan ikan dipisahkan dengan metode GC (kromatografi gas), dan hasil pemisahan diidentifikasi menggunakan MS (spektroskopi massa). Kromatogram GC menunjukkan beberapa puncak hasil pemisahan yang disertai dengan besarnya kelimpahan dari senyawa tersebut. Spektrum MS dari senyawa pada sampel akan dibandingkan antara berat molekul dan pola fragmentasinya dengan library yang tersedia. 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.

Berdasarkan kromatogram limbah yang terdapat pada Lampiran D dapat diketahui adanya keragaman asam lemak pada limbah yang mengandung asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Kelimpahan asam lemak jenuh yang terdapat dalam sampel sebesar 51,94%, sedangkan asam lemak tak jenuh sebesar 27,85%.

Pemilihan minyak untuk uji komposisi asam lemak didasarkan pada minyak hasil pemurnian yang memiliki bilangan kualitas fisik dan kimia terbaik dari KOH dan NaOH. Data hasil pemurnian limbah yang dihasilkan, menunjukkan bahwa KOH 18^0Be dan NaOH 18^0Be memiliki kriteria yang sesuai untuk uji komposisi asam lemak (Lampiran D).

Berdasarkan dari data puncak (Lampiran D) yang dihasilkan oleh minyak hasil pemurnian dengan NaOH 18^0Be dapat diketahui bahwa komponen yang teridentifikasi sebagai asam lemak tak jenuh dengan kelimpahan sebesar 46,60%, sedangkan kandungan asam lemak jenuhnya sebesar 38,89%. Pada Lampiran D menunjukkan bahwa berdasarkan data yang diperoleh, hasil analisis GC-MS pada pemurnian minyak dengan KOH 18^0Be menunjukkan adanya kelimpahan asam lemak tak jenuh yang berada dalam minyak sebesar 44,60% yang terkandung pada minyak murni. Asam lemak jenuh yang teridentifikasi dari pemurnian minyak dengan KOH 18^0Be memiliki kelimpahan sebesar 43,40%.

Ringkasan komposisi asam lemak yang terdapat dalam limbah sebelum pemurnian dan sesudah pemurnian dengan kriteria asam lemak yang memiliki SI diatas 90% dan kelimpahan diatas 5% disajikan pada table 4.6.

Tabel 4.6 Ringkasan komposisi asam lemak dari limbah dan minyak hasil pemurnian

Asam Lemak	ALJ/ALTJ	% Area		
		Sebelum perlakuan	Setelah perlakuan	
		Limbah	NaOH 18^0Be	KOH 18^0Be
Asam tetradekanoat	ALJ	11,47	12,69	12,76
Asam 9-heksadekenoat	ALTJ	9,68	11,46	12,37
Asam heksadekanoat	ALJ	31,29	21,63	24,04
Asam 10-oktadekenoat	ALTJ	9,67	-	-
Asam nonadekanoat	ALJ	6,61	-	-
Asam 9-oktadekenoat	ALTJ	**	14,23	13,88
Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	ALTJ	*	15,29	12,49

- : Hilang

* : SI dibawah 90%

** : % area dibawah 5%

ALJ : Asam Lemak Jenuh

ALTJ: Asam Lemak Tak Jenuh

Berdasarkan tabel 4.6 dari hasil analisa dapat dilihat bahwa asam lemak muncul berdasarkan berat molekul yang dimiliki oleh asam lemak tersebut. Semakin kecil berat molekul asam lemak maka akan semakin mudah menguap dan terdeteksi oleh MS. Selain itu adanya ikatan rangkap pada asam lemak menyebabkan asam

lemak muncul lebih awal dalam kromatogram dibandingkan dengan asam lemak jenuh. Hal ini dikarenakan asam lemak tak jenuh memiliki posisi cis yang dapat memperkecil ukuran senyawanya sehingga dengan mudah dapat menguap lebih awal.

Selain itu pada tabel 4.6 juga menunjukkan komposisi asam lemak KOH dan NaOH hasil pemurnian yang diketahui terdapat beberapa senyawa yang berkurang jika dibandingkan dengan komposisi asam lemak pada limbah. Hilangnya asam lemak yang terdapat pada minyak hasil pemurnian dapat diakibatkan karena asam lemak tersabunkan oleh alkali pada saat netralisasi. Asam lemak yang tersabunkan terbuang saat proses pencucian bersama dengan sabun dan aquades. Selain hilanngnya asam lemak pada minyak hasil pemurnian, alkali juga dapat menurunkan kelimpahan asam lemak yang terdapat pada minyak seperti pada asam heksadekanoat. Kelimpahan asam hexadekanoat minyak hasil pemurnian mengalami penurunan jika dibandingkan pada limbah.

BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang telah diperoleh dari hasil penelitian adalah :

1. Sifat kimia dan fisika, serta komposisi dari limbah pengalengan ikan yang diperoleh sebagai berikut:
    - Sifat fisik limbah pengalengan ikan yaitu titik keruh sebesar $73,3^0$C.
    - Sifat kimia limbah pengalengan ikan yang diperoleh dari hasil pengukuran meliputi ALB sebesar 4,66%, Bil. peroksida 9,78 mg O_2/100g, Bil. iod 102 mg/100g, dan Bil. penyabunan 112.
    - Komposisi asam lemak dari limbah pengalengan ikan diperoleh14 jenis asam lemak dengan kelimpahan asam lemak jenuh sebesar 51,94% dan asam lemak tak jenuh sebesar 27,85%.
2. Variasi alkali yang digunakan pada penelitian berpengaruh terhadap sifat fisik, kimia dan komposisi asam lemak minyak ikan yang diperoleh.
    - Minyak ikan hasil pemurnian menggunakan NaOH memiliki kualitas yang lebih baik dari pada KOH. Selain itu, semakin tinggi konsentrasi alkali maka kualitas minyak ikan hasil pemurnian semakin baik.
    - Minyak ikan dengan kualitas terbaik hasil pemurnian diperoleh pada minyak hasil pemurnian dengan NaOH 18^0Be.
    - Komposisi asam lemak yang diperoleh dari hasil pemurnian dengan penambahan alkali menunjukkan bahwa, penggunaan KOH pada proses pemurnian menghasilkan asam lemak dengan kelimpahan asam lemak jenuh sebesar 43,40% dan asam lemak tak jenuh sebesar 44,60%. Sedangkan pemurnian dengan menggunakan NaOH diperoleh

asam lemak dengan kelimpahan asam lemak jenuh sebesar 38,89% dan asam lemak tak jenuh sebesar 46,60%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan penggunaan jenis alkali yang berbeda saat proses netralisasi, yang diharapkan dapat menurunkan kadar asam lemak menjadi lebih rendah.

DAFTAR PUSTAKA

Abdillah, H. 2008. *Pemurnian Minyak dari Limbah Pengolahan Ikan*. [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Ackman, R.G. 1982. *Fatty acid compotsition 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.

AOAC. 1984. *Official Methods of Analysis of The Association of Official Analytical Chemist*. AOAC Int., Washington.

Cahyana, I Gede. 2009. *http://gedehace.blogspot.com/2009/03/adsorpsi-karbon-aktif.html*. [25 Juli 2011].

Dewi, EN. 1996. *Isolasi Asam Lemak Omega-3 dari Minyak Hasil Limbah Penepungan dan Pengalengan Ikan Lemuru.* [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Estiasih, Teti. 2009. *Minyak Ikan*. Yogyakarta: Graha Ilmu.

Fessenden, Ralph J and Fessenden Joan S. 1997. *Dasar-Dasar Kimia Organik*. Jakarta: Bina Aksara.

Gunstone, FD 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. *Teknologi Minyak dan Lemak.* Jakarta: UI Press.

Paquot, A. 1987. *Standart Method for the Analysis of Oils, Fat and Derivatves, Seventh Resived and Enlarge Edition*. Blackwell Scientific Publication: California.

Pigott, JJ dan BW Tucker. 1987. *Science Open New Horisonsfor Marine Lipids in Human Nutrition Food Review int. 3 : 1-2*.

Priatna. K.Y dan Rukiah 1982. *Prospek Pemakaian Diatome, Bentonit dan Karbon Aktif Sebagai Penjernih Minyak Sawit*. Laporan Teknik Pengembangan no.74. Departmen Pertambangan dan Energi, Dirjen Pertambangan Umum. Pusat Pengembangan Teknologi Mineral Jakarta.

Sari, Fauzia Kurnia. 2005. *Optimasi Metode Pemadatan Cepat Minyak Hasil Samping Penepungan Ikan Lemuru pada Proses Pembuatan minyak Kaya Asam Lemak Omega-3*. [Skripsi]. FTP Unibraw: Malang.

Sastrohamidjojo, H. 1985. *Kromatografi*, edisi Pertama, Liberty: Yogyakarta.

Stansby. 1982. *Properties of Fish Oils, Their Application to Handling of Fish and to Nutritional and Industrial Uses.* Chemistry and biochemistry of Marine Food product. The AVI Publishing Company, Inc. Westport, Connecticut.

Sudarmadji, dkk. 2003. *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian*, Universitas Gajahmada: Yogyakarta.

Swern. 1979. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. Vol. I. 4th ed. John Wiley and Sons, New York.

Universitas Jember. 2012. *Pedoman Penulisan Karya Ilmiah*. Jember: UPT Penerbitan Universitas Jember

Winarno, F.G. 1992. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.

Yogaswara, Ghema. 2008. *Mikroenkapsulasi Minyak Ikan dari Hasil Samping Industri Penepungan Ikan Lemuru (Sardiniella lemuru) dengan Metode Pengeringan Beku*. [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Young, FVK. 1986. *The Refining and Hydrogenation of Fish Oil. Fish Oil Bulletin No. 17. International Association of Fish Meal and Oil Manufacturers.* St. Alban's, Hertford, United Kingdom.

LAMPIRAN

A. Gambar Bahan

Bak penampungan limbah

Cara pengambilan limbah

Limbah minyak ikan

Minyak hasil *degumming*

Minyak hasil netralisasi

Minyak hasil pemurnian

B. Perhitungan Standarisasi

1. Larutan HCl 2 N

ml NaOH	N HCl
20,1	2,08
19,9	2,06
20,05	2,08
N rata-rata	2,07

$$N\ HCl = \frac{ml\ NaOH \times N\ NaOH}{ml\ HCL}$$

2. Larutan HCl 0,5 N

ml NaOH	N HCl
25,20	0,523
24,90	0,516
25,10	0,521
N rata-rata	0,520

$$N\ HCl = \frac{ml\ NaOH \times N\ NaOH}{ml\ HCL}$$

3. Larutan KOH 0,1 N

ml KOH	Gram oksalat	N KOH
15,50	0,1072	0,1052
15,75	0,1120	0,113
15,60	0,1312	0,134
N rata-rata		0,117

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

Keterangan :

2 = ekuivalen asam oksalat

0,126 = BM asam oksalat

4. Larutan NaOH 0,1 N

ml NaOH	Gram oksalat	N NaOH
15,60	0,1004	0,102
16,20	0,1085	0,106
15,90	0,1027	0,103
N rata-rata		0,104

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

Keterangan :

2 = ekuivalen asam oksalat

0,126 = BM asam oksalat

5. Larutan $Na_2S_2O_2$ 0,1 N

ml $Na_2S_2O_2$	Gram KIO_3	N $Na_2S_2O_2$
14,10	0,0523	0,104
13,80	0,0549	0,112
13,85	0,0515	0,104
N rata-rata		0,107

$$N\ \mathrm{Na2S2O2} = \frac{g\ \mathrm{KIO3}}{0{,}03567\ \times ml\ \mathrm{Na2S2O2}}$$

C. Perhitungan Alkali untuk Netralisasi

^{0}Be	Konsentrasi Alkali (%) dalam Larutan
10	6,57
12	8
14	9,5
16	11,06
18	12,68
20	14,36
22	16,09
24	17,87
26	19,7
28	21,58
30	23,5

a. NaOH 10^{0}Be

Jumlah sampel = 300 gram

Jumlah Asam Lemak Bebas = $\frac{3,52}{100} \times 300\ g\ = 10,56\ g$

Jumlah NaOH untuk menetralkan 1 kg asam lemak bebas (sebagai asam oleat $C_{18}H_{34}O_2$) = 0.142 kg NaOH = 142 g

$$C_{18}H_{34}O_2 + NaOH \longrightarrow C_{18}H_{33}O_2Na + H_2O$$

1 mol $C_{18}H_{34}O_2 \sim$ 1 mol NaOH

Sehingga untuk menetralkan 1kg $C_{18}H_{34}O_2$

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

Jumlah NaOH untuk menetralkan 10,56 gram (sebagai asam oleat $C_{18}H_{34}O_2$) asam lemak bebas = $\frac{10,56}{1000} \times 142\ =\ 1,4995g$

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

Total NaOH = 0,45 + 1,4995 = 1,9495

Larutan NaOH 10^{o}Be yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas

$$\text{ml NaOH} = \frac{1.9495}{6,57} \times 100 = 29,7\ ml$$

b. KOH 10^{0}Be

Jumlah sampel = 300 gram

Jumlah Asam Lemak Bebas = $\frac{3,52}{100} \times 300\ g = 10,56\ g$

Jumlah KOH untuk menetralkan 1 kg asam lemak bebas (sebagai asam oleat $C_{18}H_{34}O_2$) = 0.199 kg KOH = 199 g

$$C_{18}H_{34}O_2 + KOH \longleftrightarrow C_{18}H_{33}O_2K + H_2O$$

1 mol $C_{18}H_{34}O_2 \sim$ 1 mol KOH

Sehingga untuk menetralkan 1kg $C_{18}H_{34}O_2$

$$\frac{1}{282} \times 56 = 0,199\ kg\ KOH = 199\ g$$

Jumlah KOH untuk menetralkan 10,56 gram (sebagai asam oleat $C_{18}H_{34}O_2$) asam lemak

$$\text{bebas} = \frac{10,56}{1000} \times 199 = 1,1014\ g$$

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

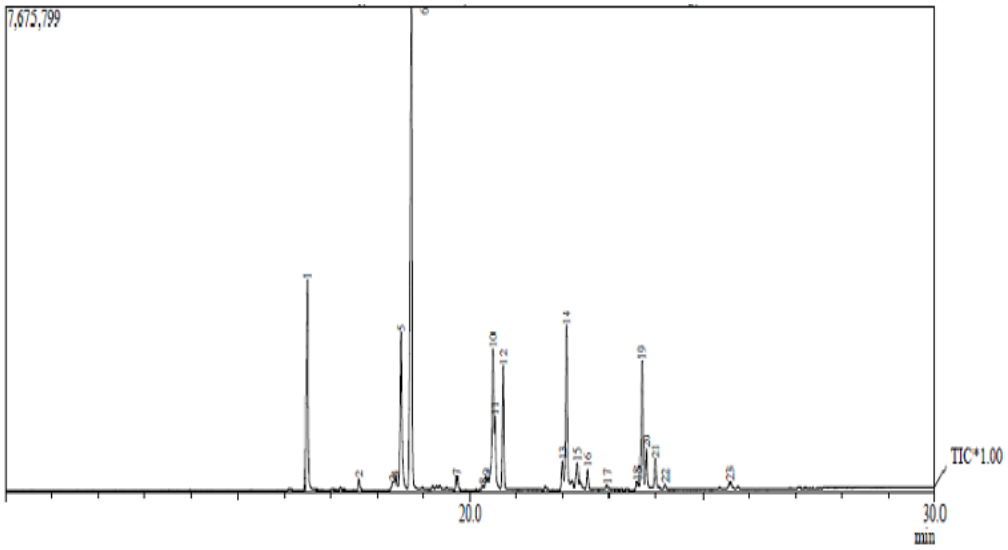
Total NaOH = 0,45 + 1,1014 = 2,5514

Larutan KOH 10^{o}Be yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas :

$$\text{ml KOH} = \frac{2,5514}{6,57} \times 100 = 38,8\ ml$$

D. Kromatogram Minyak Ikan Sebelum dan Sesudah Pemurnian

a. Kromatogram limbah sebelum pemurnian

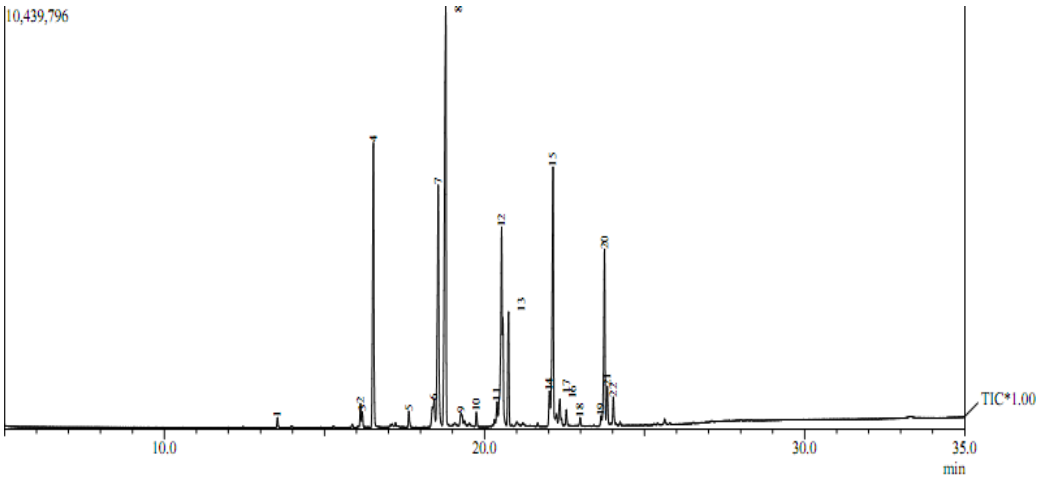


➢ Komposisi asam lemak pada limbah

Puncak	Nama Senyawa	SI	%Area
1	Asam tetradekanoat	97	11.47
2	Asam pentadekanoat	96	0.62
4	Asam 9, 12,15-oktadekatrienoat	86	0.45
5	Asam 9-heksadekenoat	96	9.68
6	Asam heksadekanoat	97	31.29
7	Asam heptadekanoat	95	0.71
8	Asam 8, 11, 14-eikosatrienoat	87	0.15
9	Asam 5, 11,14,17-eikosatrienoat	87	0.68
10	Asam 10-oktadekenoat	96	9.67
11	Asam 16-oktadekenoat	94	3.27
12	Asam nonadekanoat	95	6.61
13	Asam 5, 8,1114-eikosatetraenoat	91	1.60

Puncak	Asam lemak	SI	% Area
14	Asam 5, 8, 11,14-eikosapentaenoat	89	9.37
14	Asam 5, 8, 11,14-eikosapentaenoat	89	9.37
15	Asam 9-oktadekenoat	93	1.31
16	Asam oktadekanoat	95	1.03
17	Asam 5, 11,14,17- eikosapentaenoat	87	0.28
18	Asam 8,11,14-eikosatetranoat	87	0.31
19	Asam 5, 8, 11,14,17-eikosapentanoat	87	7.14
20	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentanoat	89	1.87
21	Asam 13-dokosenoat	93	1.58
22	Asam henekosanoat	93	0.21
23	Asam 13-dokosenoat	93	0.29

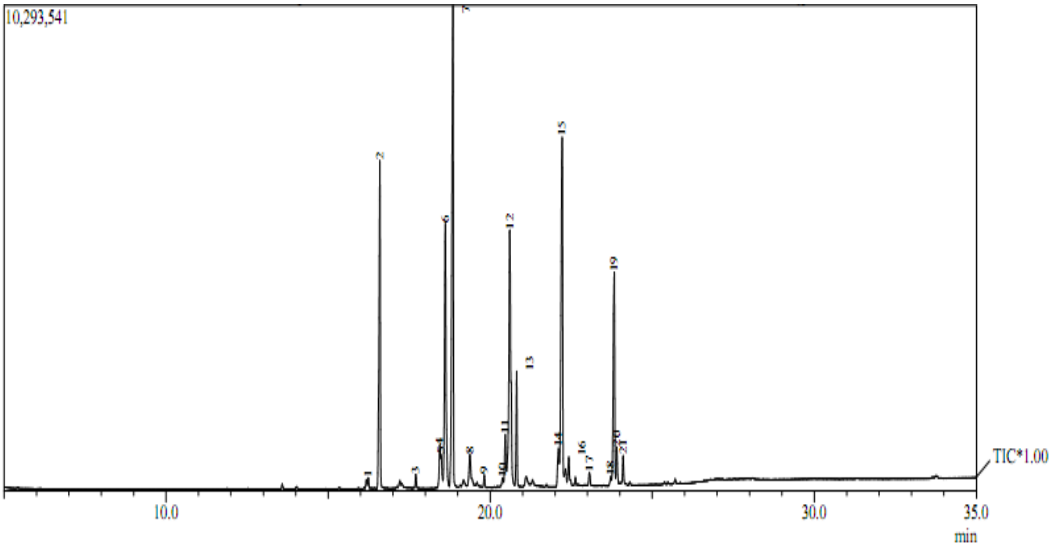
b. Kromatogram minyak setelah pemurnian dengan KOH 18^0Be



- Komposisi asam lemak pada minyak hasil pemurnian menggunakan KOH 18^0Be

Puncak	Asam lemak KOH	SI	% Area
4	Asam tetradekanoat	97	12,76
5	Asam pentadekanoat	96	0,62
6	Asam 9,12,15-oktadekatrienoat	92	2,24
7	Asam 9-heksadekenoat	97	12,37
8	Asam heksadekanoat	97	23,25
9	Asam heksadekanoat	94	0,79
10	Asam heptadekanoat	96	0,55
11	Asam 5,11,14,17-eikosatetraenoat	87	0,96
12	Asam 9-oktadekenoat	95	13,88
13	Asam oktadekanoat	95	4,35
14	Etil 5,8,11,14-eikosatetraenoat	90	1,61
15	Asam 5,8,11,14,17eikosapentaenoat	91	12,49
16	Asam 9-oktadekeoat	92	0,98
17	Asam eikosanoat	95	0,58
18	Asam 5,11,14,17-eikosatetraenoat	87	0,34
19	Asam 5,8,11,14-eikosatetraenoat	88	0,39
20	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	88	7,86
21	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	88	1,21
22	Asam 9-oktadekenoat	93	1,03

c. Kromatogram minyak setelah pemurnian dengan NaOH 18^0Be



➢ Komposisi asam lemak pada minyak hasil pemurnian menggunakan NaOH 18^0Be

Puncak	Asam lemak	SI	% Area
2	Asam tetradekanoat	97	12,69
3	Asam pentadekanoat	96	0,47
4	Asam 9,12,15-oktadekatrienoat	85	1,73
5	Asam 9,12,15-oktadekatrienoat	80	0,72
6	Asam 9-heksadekenoat	97	11,46
7	Asam heksadekanoat	97	21,63
8	Asam 9-oktadekenoat	95	1,75
9	Asam heptadekanoat	96	0,41
10	Asam 6,9,12-oktadekatrienoat	93	0,19
11	Asam 5,11,14,17-eikosatetraenoat	87	1,84
12	Asam 9-oktadekenoat	96	14,23

Puncak	Asam lemak	SI	% Area
13	Asam oktadekanoat	95	3,69
14	Asam 5,8,11,14-eikosatetraenoat	90	1,56
15	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	91	15,29
16	Asam 13-dokosenoat	92	1,17
17	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	87	0,48
18	Etil 5,8,11,14-eikosatetraenoat	87	0,29
19	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	88	8,05
20	Asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat	88	1,01
21	Asam 13-dokosenoat	93	0,95

E. Table Data Bilangan Peroksida Minyak Hasil Pemurnian

Konsentrasi	Ulangan I		Ulangan II		Ulangan III	
	ml	Gram	ml	Gram	ml	Gram
	0,95	5,0231	1	5,1207	0,95	5,1065
KOH 10^0Be	1	5,1184	1	5,0913	0,95	5,0715
	0,95	5,1025	0,9	5,0991	0,95	5,1269
	0,85	5,0053	0,85	5,0421	0,85	5,1866
KOH 14^0Be	0,9	5,0207	0,85	5,1337	0,85	5,1254
	0,85	5,1004	0,9	5,1632	0,85	5,0215
	0,75	5,1026	0,75	5,0087	0,75	5,0012
KOH 18^0Be	0,8	5,0091	0,75	5,0712	0,75	5,0923
	0,75	5,1813	0,75	5,1109	0,8	5,1262
	0,8	5,1092	0,8	5,1402	0,75	5,1124
KOH 10^0Be	0,75	5,0732	0,8	5,1633	0,8	5,0039
	0,75	5,1846	0,75	5,1047	0,8	5,1431
	0,65	5,0811	0,65	5,1012	0,6	5,0391
KOH 14^0Be	0,65	5,1003	0,6	5,0067	0,65	5,0152
	0,6	5,1204	0,6	5,1043	0,6	5,1071
	0,55	5,0064	0,55	5,1132	0,55	5,0135
KOH 18^0Be	0,5	5,1089	0,55	5,1071	0,5	5,0901
	0,55	5,1003	0,55	5,0092	0,55	5,0072

F. Table Data Bilangan Asam Lemak Bebas Minyak Hasil Pemurnian

Konsentrasi	Ulangan I		Ulangan II		Ulangan III	
	ml	Gram	ml	Gram	ml	Gram
KOH 10^0Be	0,5	1,0183	0,5	1,1153	0,5	1,1203
	0,5	1,1241	0,5	1,2462	0,5	1,0971
	0,55	1,0371	0,5	1,1085	0,55	1,1004
KOH 14^0Be	0,4	1,2083	0,4	1,1405	0,4	1,1026
	0,45	1,0142	0,4	1,2001	0,4	1,1336
	0,4	1,1327	0,45	1,1402	0,4	1,2401
KOH 18^0Be	0,35	1,0812	0,3	1,1031	0,3	1,0803
	0,3	1,1034	0,35	1,0734	0,3	1,1404
	0,35	1,0537	0,35	1,0067	0,35	1,0352
KOH 10^0Be	0,4	1,1043	0,4	1,0108	0,35	1,0802
	0,4	1,0902	0,4	1,091	0,4	1,0337
	0,35	1,0076	0,4	1,3011	0,4	1,0194
KOH 14^0Be	0,35	1,1041	0,35	1,1208	0,3	1,1408
	0,35	1,0317	0,35	1,1701	0,35	1,0731
	0,35	1,1263	0,3	1,3061	0,35	1,1027
KOH 18^0Be	0,25	1,104	0,25	1,0028	0,25	1,2140
	0,25	1,1307	0,2	1,107	0,25	1,0540
	0,3	1,039	0,25	1,1134	0,25	1,1058

G. Tabel Data Bilangan Penyabunan Minyak Hasil Pemurnian

Konsentrasi	Ulangan I		Ulangan II		Ulangan III	
	Ml	Gram	ml	Gram	ml	Gram
KOH 10^0Be	1,05	1,0073	1,05	1,0421	1,1	1,1022
	1,05	1,1082	1,05	1,1052	1,05	1,0215
	1,1	1,0702	1,05	1,0113	1,05	1,1063
KOH 14^0Be	1,15	1,0175	1,15	1,1053	1,15	1,1034
	1,15	1,1381	1,15	1,1204	1,15	1,1066
	1,15	1,0461	1,1	1,036	1,15	1,0772
KOH 18^0Be	1,2	1,0036	1,25	1,0214	1,2	1,0214
	1,25	1,1309	1,25	1,0751	1,2	1,1041
	1,2	1,1004	1,25	1,1007	1,25	1,1307
NaOH 10^0Be	1,2	1,0093	1,2	1,1089	1,2	1,0173
	1,2	1,1301	1,15	1,1077	1,15	1,1002
	1,15	1,1082	1,2	1,0326	1,15	1,1052
NaOH 14^0Be	1,25	1,0093	1,2	1,1089	1,25	1,0173
	1,25	1,1301	1,25	1,1077	1,25	1,1002
	1,25	1,1082	1,2	1,0326	1,2	1,1352
NaOH 18^0Be	1,35	1,0526	1,35	1,1143	1,4	1,0205
	1,35	1,0084	1,4	1,0209	1,35	1,1104
	1,35	1,0911	1,35	1,1305	1,35	1,0098

H. Tabel Data Bilangan Iod Minyak Hasil Pemurnian

Konsentrasi	Ulangan I		Ulangan II		Ulangan III	
	ml	Gram	ml	Gram	ml	Gram
KOH 10^0Be	7,65	0,1012	7,7	0,1258	7,65	0,1109
	7,7	0,1147	7,7	0,1206	7,65	0,1113
	7,65	0,1007	7,65	0,1066	7,75	0,1176
KOH 14^0Be	7,4	0,1162	7,4	0,1009	7,35	0,1028
	7,35	0,1108	7,4	0,1113	7,4	0,111
	7,4	0,1209	7,4	0,1028	7,4	0,1124
KOH 18^0Be	7,45	0,1145	7,5	0,1109	7,45	0,1107
	7,4	0,1205	7,5	0,1027	7,45	0,1018
	7,45	0,1074	7,5	0,1191	7,5	0,1006
NaOH 10^0Be	7,5	0,1103	7,5	0,1006	7,5	0,112
	7,55	0,1078	7,5	0,1112	7,55	0,1012
	7,55	0,1069	7,5	0,1042	7,5	0,1105
NaOH 14^0Be	7,3	0,1062	7,3	0,1021	7,25	0,1019
	7,25	0,1102	7,35	0,1106	7,25	0,1104
	7,25	0,1219	7,2	0,1241	7,3	0,1141
NaOH 18^0Be	7,35	0,1029	7,35	0,1125	7,4	0,1121
	7,4	0,1011	7,35	0,1021	7,35	0,1104
	7,35	0,1157	7,35	0,1017	7,35	0,1206

I. Tabel Data Sifat Fisik dan Kimia Minyak Hasil Pemurnian

a. ALB

Konsentrasi alkali (^{0}Be)	Ulangan	Bilangan ALB	
		KOH	NaOH
10	1	1,89	1,39
	2	1,68	1,38
	3	1,80	1,42
	Rata-rata	1,79	1,40
	STD	0,1076	0,0229
14	1	1,45	1,25
	2	1,39	1,08
	3	1,34	1,17
	Rata-rata	1,39	1,17
	STD	0,0579	0,0812
18	1	1,20	0,95
	2	1,23	0,84
	3	1,13	0,86
	Rata-rata	1,18	0,89
	STD	0,0446	0,0562

STD : Standart Deviasi

b. Bilangan Peroksida

Konsentrasi alkali (^{0}Be)	Ulangan	Bilangan Peroksida	
		KOH	NaOH
10	1	14,2	10,8
	2	14,1	11,0
	3	13,9	11,1
	Rata-rata	14,1	11,0
	STD	0,1776	0,1825
14	1	12,6	8,58
	2	12,9	8,35
	3	12,2	8,38
	Rata-rata	12,4	8,44
	STD	0,2258	0,11258
18	1	10,8	6,95
	2	10,6	7,22
	3	10,9	7,00
	Rata-rata	10,8	1,06
	STD	0,1379	0,1448

STD : Standart Deviasi

c. Bilangan Penyabunan

Konsentrasi alkali (^{0}Be)	Ulangan	Bilangan Penyabunan	
		KOH	NaOH
10	1	110	105
	2	111	104
	3	108	105
	Rata-rata	110	105
	STD	1,4429	0,2043
14	1	100	103
	2	109	104
	3	107	103
	Rata-rata	106	103
	STD	1,5070	0,3531
18	1	104	103
	2	105	99
	3	104	103
	Rata-rata	104	102
	STD	0,4920	2,2835

STD : Standart Deviasi

d. Bilangan Iod

Konsentrasi alkali (^{0}Be)	Ulangan	Bilangan Iod	
		KOH	NaOH
10	1	111	111
	2	96,7	115
	3	108	114
	Rata-rata	105	114
	STD	7,531979	2,017858
14	1	109	115
	2	116	117
	3	116	118
	Rata-rata	114	117
	STD	4,14	1,36
18	1	105	116
	2	114	118
	3	115	108
	Rata-rata	111	114
	STD	5,954411	5,128997

STD : Standart Deviasi

Contoh perhitungan

1. ALB

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

$$\%\text{ALB} = \frac{0{,}25 \times 0{,}1172 \times 330}{1000(1{,}0540)} \times 100\%$$

ALB = 0,12 %

2. Bilangan peroksida

$$Bilangan\ Peroksida = \frac{(S - B) \times N \times 8 \times 100}{G}$$

$$Bilangan\ Peroksida = \frac{(0{,}55 - 0{,}12) \times 0{,}1066 \times 8 \times 100}{5{,}0072}$$

$$Bilanga\ peroksida = 7{,}00 mgO2/100g$$

3. Bilangan iod

$$Bilangan\ Iod = \frac{ml(blanko - contoh) \times \text{NNa2S2O3} \times 12{,}691}{gr\ contoh}$$

$$Bilangan\ Iod = \frac{ml\ titran(16{,}50 - 7{,}30) \times 0{,}1066 \times 12{,}691}{0{,}1062}$$

$$Bilangan\ Iod = 117$$

4. Bilangan penyabunan

$$Bilangan\ penyabunan = \frac{28{,}05 \times ml(blangko - sampel)}{berat\ sampel(g)}$$

$$Bilangan\ penyabunan = \frac{28{,}05 \times (5{,}22 - 1{,}35)}{1{,}1104}$$

$$Bilangan\ penyabunan = 97{,}8$$

J. Tabel Rendemen Minyak Hasil Netralisasi dan Minyak Hasil Pemurnian

Alkali	Minyak Netral (%)		Minyak Murni (%)	
	KOH	NaOH	KOH	NaOH
10	41,87	41,19	32,69	32,04
14	47,12	45,71	42,06	40,45
18	59,13	58,44	51,2	49,6

G. ALB Minyak Hasil Netralisasi

Konsentrasi	KOH	NaOH
10	2,74	2,42
14	2,51	2,19
18	2,32	1,93

K. Tabulasi Data

Sampel		Karakteristik minyak				
		Fisik	Kimia			
		Titik keruh (^{0}C)	ALB	Bil. Peroksida	Bil. Iod	Bil. Penyabunan
Limbah		73,3	4,66	9,78	102	112
Degumming		-	3,52	-	-	-
Netralisasi						
KOH (^{0}Be)	10	-	2,74	-	-	-
	14	-	2,51	-	-	-
	18	-	2,32	-	-	-
NaOH (^{0}Be)	10	-	2,42	-	-	-
	14	-	2,20	-	-	-
	18	-	1,93	-	-	-
Bleaching						
KOH (^{0}Be)	10	72,3	1,79	14,1	105	110
	14	71,7	1,39	12,4	114	106
	18	70,2	1,18	10,8	111	104
NaOH (^{0}Be)	10	70,6	1,40	11,0	113	105
	14	68,5	1,25	8,44	117	103
	18	65,4	0,89	7,06	114	102

L. Pembuatan Larutan

a) 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 $Na_2S_2O_3$ 0,1N (sampai larutan tidak berwarna). Banyaknya $Na_2S_2O_3$ yang diperlukan untuk menitrasi larutan tersebut misal A ml.
- Bromin sebanyak 3 ml dimasukan dalam 200 ml asam asetat glasial (dicampur dengan baik), diambil 5 ml kemudian diencerkan sampai 150 ml, kemudian ditambah10 ml KI 15% dan dititrasi dengan $Na_2S_2O_3$ 0,1N. banyaknya $Na_2S_2O_3$ yang dibutuhkan untuk menitrasi larutan bromin missal 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, kamudian diencerkan sampai 1 liter dengan asam asetat glasial.

b) Pembuatan 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.

c) Pembuatan 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.

d) Pembuatan indikator pp 1%

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

e) Pembuatan Larutan Iodida Jenuh

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

f) Pembuatan larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1N

- Ditimbang dengan ±25 gram $Na_2S_2O_3$ kemudian dimasukkan kedalam beaker glass dan dilarutkan dengan sedikit aquadest.
- Larutan $Na_2S_2O_3$ tersebut selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 1000 ml dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas.

g) Standarisasi larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1N

- Ditimbang Kristal KIO3 sebanyak 140-150mg $Na_2S_2O_3$ 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 indicator amilum
- Dititrasi larutan yodat dengan larutan $Na_2S_2O_3$ (dalam buret) yang akan distandarisasi sampai warna berubah dari merah bata menjadi kuning pucat
- Dicatat volume larutan $Na_2S_2O_3$ 0,1 N yang dipakai.

h) Pembuatan larutan HCl 0,5 N

Diketahui:

BJ HCl pekat = 1,19 g/mL = 1190 g/L

%HCl pekat = 37%

BM HCl = 36,45 g/mol

M HCl $= \frac{\text{persen beratxBJ HCl pekatx } 10}{BM\ HCl\ pekat}$

$= \frac{37\ \%x1{,}19\ g/mlx\ 10}{36{,}45\ g/mol}$

= 12,08 M

V1 × M1 = V2×M2

V1 × 12,08 = 100 ml×0,5 M

V1 = 4,14 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.

➢ Standarisasi HCl 0,5 N

- Mengisi buret dengan larutan HCl
- Titrasilarutan larutan HCl ini dengan NaOH 0,1 N yang telah distandarisasi dengan indicator pp 0,1% sampai terbentuk warna merah muda.
- Volume larutan NaOH dicatat dan Normalitas HCl yang sesungguhnya dapat dicari.

i) Pembuatan larutan HCL 0,1 N

Diketahui:

BJ HCl pekat = 1,19 g/mL = 1190 g/L

Konsentrasi = 37%

BM HCl = 36,45 g/mol

M HCl $= \frac{persen\ \ beratxBJ\ \ \ HCl\ pekatx\ 10}{BM\ HCl\ pekat}$

$= \frac{37\ \%x1{,}10\ g/molx\ 10}{36{,}45\ g/mol}$

= 12,08 M

V1 × M1 = V2×M2

V1 × 12,08 = 100 ml×0,1 M

V1 = 0,83 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.

j) Pembuatan larutan NaOH 0,1 N

Diketahui:

BM NaOH = 40g/mol

Volume larutan = 100ml

Eq NaOH = 1

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

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

= 0,4 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.

k) Pembuatan larutan KOH 0,1 N

BM KOH = 56g/mol

Volume larutan= 100ml

Eq KOH =1

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

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

= 0,56 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 $H_2C_2O_4.2H_20$ 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.