

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian kandungan glukomanan pada proses penghilangan kandungan kalsium oksalat tepung umbi porang (*Amorphophallus oncophyllus*) dengan menggunakan larutan NaCl 8% dilakukan selama kurang lebih 7 bulan, pada bulan Mei 2023 sampai dengan November 2023. Penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Makanan Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2. Alat dan Bahan

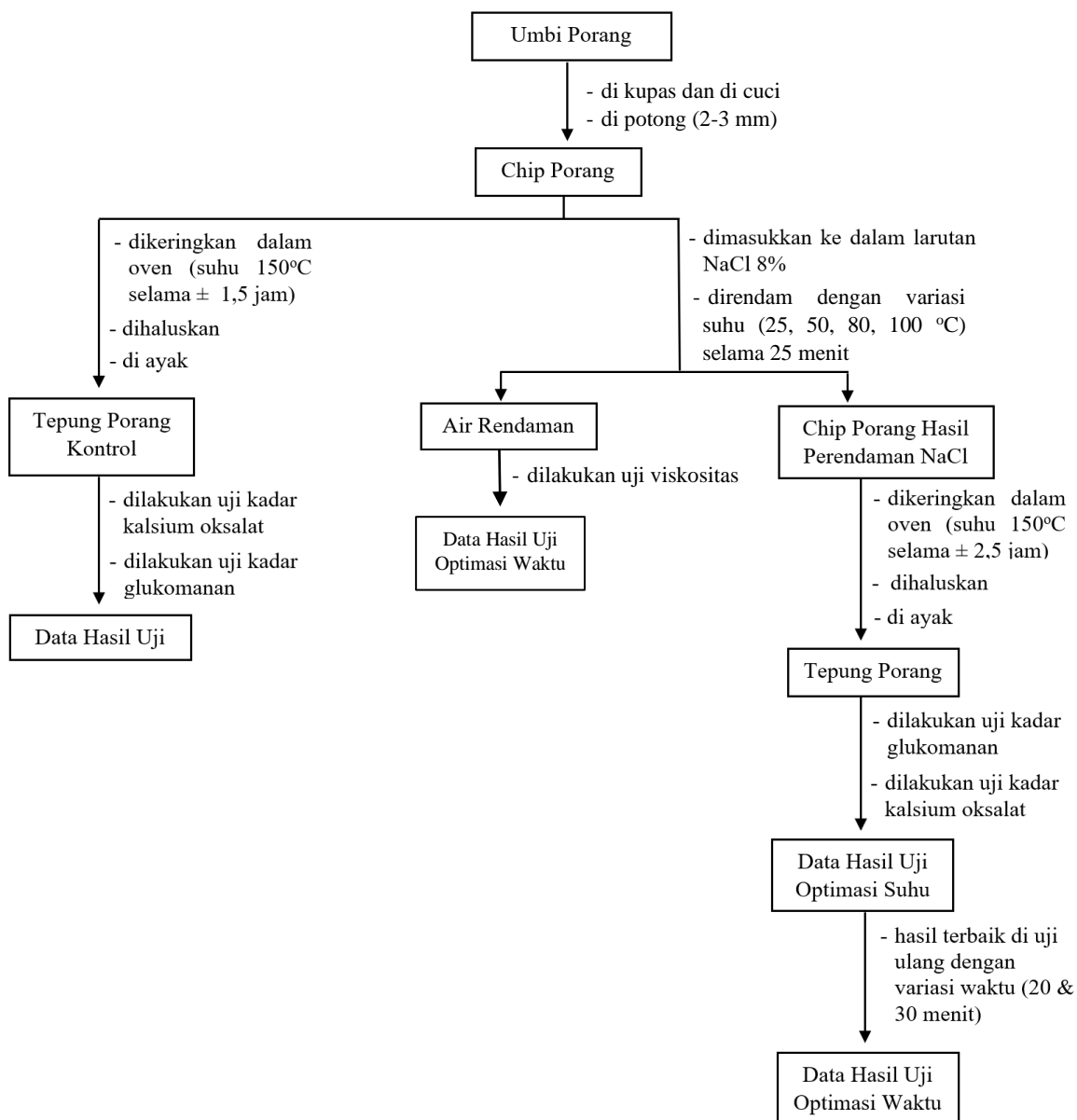
3.2.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven, *hot plate*, sentrifuge (Kokusan H-103N), alat penggiling atau *blender* (Philips), pompa vakum, lemari pendingin, saringan (70 mesh), viskometer ostwald, neraca analitik (Mettler Toledo ME204), mikropipet 1000-5000 μL (Dragon Lab), *white tip* mikropipet 5000 μL , termometer, loyang kue, statif, klem, buret (50 mL), cawan penguap (50 mL; 60 mL; 125 mL), Erlenmeyer (250 mL; 300 mL), gelas ukur (100 mL), gelas kimia (400 mL; 500 mL; 600 mL; 1000 mL), labu buchner (250 mL), corong buchner, pipet volumetri (10 mL), pipet ukur (25 mL), labu ukur (50 mL; 1000 mL), tabung falcon (50 mL), piknometer (50 mL), pipet tetes, *stirrer*, spatula, batang pengaduk, pisau, kain saring, kertas saring, dan kertas timbang.

3.2.2. Bahan

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah umbi porang lokal, NaCl, aquades, asam sulfat (H_2SO_4), asam klorida (HCl), kalium permanganate (KMnO_4), metil merah, ammonia hidroksida (NH_4OH), kalsium klorida (CaCl_2), aluminium sulfat ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), dan isopropil alkohol.

3.3. Bagan alir Penelitian



Gambar 3.1. Bagan Alir Penelitian

3.4. Tahapan Penelitian

3.4.1. Persiapan Bahan

Umbi porang di kupas kulit luar, kemudian di cuci dan di potong dengan ketebalan 2-3 mm sehingga berbentuk chip. Hasil potongan umbi porang kemudian

di bagi menjadi 2 yaitu untuk pembuatan tepung umbi porang tanpa perendaman dan dengan perendaman NaCl 8%.

3.4.2. Preparasi Sampel Tepung Umbi porang

3.4.2.1. Tepung Umbi porang Tanpa Perendaman

Umbi porang yang telah di potong dikeringkan dalam oven pada suhu 150 °C selama \pm 1,5 jam. Potongan umbi porang kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan mesh 70. Tepung yang diperoleh kemudian dilakukan pengujian kadar glukomanan dan kadar kalsium oksalatnya (Wardani & Arifiyana, 2021).

3.4.2.2. Tepung Umbi porang Dengan Perendaman Larutan NaCl 8% Pada Berbagai Suhu Selama 25 Menit

Umbi porang yang telah di potong dilakukan perendaman dalam larutan NaCl 8% dengan perbandingan 1:4 (150 gram potongan umbi porang & 600 mL larutan NaCl 8%) pada suhu (25, 50, 80, 100) °C selama 25 menit . Umbi yang sudah direndam dikeringkan dalam oven pada suhu 150 °C selama \pm 2,5 jam. Potongan umbi porang kemudian dihaluskan menggunakan *blender* dan diayak menggunakan mesh 70. Tepung yang diperoleh kemudian dilakukan pengujian kadar glukomanan dan kadar kalsium oksalat (Wardani & Arifiyana, 2021). Setelah dilakukan perhitungan dan diperoleh hasil terbaik dari sampel tepung umbi porang dengan perendaman pada berbagai suhu, dilakukan pengujian kembali untuk sampel tepung umbi porang dengan perendaman NaCl 8% pada suhu terbaik selama 20, 25 dan 30 menit.

3.4.2.3. Tepung Umbi porang Dengan Perendaman Larutan NaCl 8% Pada Suhu Terbaik Selama 20 dan 30 Menit

Umbi porang yang telah di potong dilakukan perendaman dalam larutan NaCl 8% dengan perbandingan 1:4 (150 gram potongan umbi porang & 600 mL larutan NaCl 8%) pada suhu terbaik dari pengujian sebelumnya selama 20, 25, dan 30 menit. Untuk tahap selanjutnya dilakukan seperti pada 3.3.2.2.

3.4.3. Preparasi Sampel Air Rendaman

Air rendaman yang diperoleh dari tahap perendaman pada pembuatan tepung umbi porang dengan perendaman NaCl 8% pada berbagai suhu dan waktu dilakukan pengujian kadar glukomanan dan viskositasnya.

3.4.4. Uji Kadar Glukomanan Pada Tepung Umbi porang

Pengujian kadar glukomanan pada tepung umbi porang dan air rendaman umbi porang dilakukan dengan menggunakan metode titrasi gravimetri. Metode gravimetri merupakan suatu analisis kuantitatif yang didasarkan pada perhitungan perubahan berat pada sampel sebelum dan setelah dilakukan proses pemanasan (Windaryati et al., 2017). Pada analisis kadar glukomanan, sampel endapan yang telah diisolasi dikeringkan hingga bobot stabil. Kemudian dilakukan penimbangan dan perhitungan massa bobot basah dan massa bobot setelah pengeringan.

Tahapan pengujian kadar glukomanan diawali dengan menimbang tepung umbi porang sebanyak 2 gram, lalu dilarutkan ke dalam 200 mL aquades dengan suhu 75 - 78 °C. Kemudian dilakukan penambahan garam aluminium sulfat ($Al_2(SO_4)_3$) sebanyak 0,2 gram dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 35 menit hingga 1 jam. Selanjutnya larutan disaring menggunakan kain saring dan penyaring vakum. Hasil filtrat tersebut dicampur dengan isopropil alkohol dengan perbandingan 1:1 dan aduk hingga terbentuk gumpalan glukomanan seperti jeli yang berwarna putih pada permukaan cairan. Gumpalan glukomanan tersebut dipisahkan seluruhnya dan dikeringkan pada suhu 150°C hingga berat mencapai konstan. Glukomanan yang telah kering membentuk lembaran tipis yang berwarna abu-abu coklat (Nugraheni & Sulistyowati, 2018). Selanjutnya dilakukan penimbangan menggunakan neraca analitik dan lakukan perhitungan menggunakan rumus gravimetri.

$$\text{Kadar glukomanan (\%)} = \frac{W_2 - W_1}{W} \times 100\%$$

Keterangan:

W1 = massa cawan kosong (gr)

W2 = massa cawan + sampel glukomanan setelah dikeringkan (gr)

W = massa sampel tepung umbi porang (gr)

Hasil data pengujian kadar glukomanan dianalisis secara statistik menggunakan analisis varians satu jalur (ANOVA *one way*) untuk mengetahui nilai signifikan dan uji lanjut *Duncan* untuk mengetahui variabel yang mempengaruhi perbedaan nyata. Analisis statistik dilakukan dengan menggunakan program SPSS.

3.4.5. Uji Kadar Kalsium Oksalat Pada Tepung Umbi porang

Pengujian kadar kalsium oksalat pada tepung umbi porang dilakukan dengan menggunakan metode titrasi permanganometri. Prinsip metode permanganometri yaitu reaksi reduksi oksidasi (redoks). Berdasarkan Badan Standardisasi Nasional (2020) dalam SNI 7939:2020, terdapat 3 tahapan pengujian kadar kalsium oksalat pada tepung umbi porang yaitu digesti, pengendapan, dan titrasi permanganometri. Dalam titrasi ini, digunakan kalium permanganat (KMnO₄) sebagai larutan baku sekunder yang dibakukan dengan natrium oksalat atau asam oksalat dan tidak perlu ditambahkan indikator karena bersifat autoindicator (Wardani & Handrianto, 2019; Mursyidi & Rohman, 2006). Pada tahap titrasi permanganometri, sampel larutan yang akan di uji dan larutan baku sekunder perlu dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 60 – 70 °C. Hal ini dikarenakan pada suhu ruang, reaksi akan berjalan lambat (Wardani & Handrianto, 2019).

Tahapan pengujian kalsium oksalat diawali dengan menimbang tepung umbi porang sebanyak 2 gram dan dimasukkan ke dalam gelas beaker, kemudian ditambahkan 190 mL aquades dan 10 mL HCl 6 M. Selanjutnya larutan disuspensikan pada suhu 100 °C selama 1 jam, didinginkan, lalu diencerkan hingga 250 mL dan disaring. Filtrat dibagi menjadi 2 bagian, masing-masing 125 mL. Masing-masing filtrat ditambahkan 4 tetes indikator metil merah dan larutan NH₄OH pekat (tetes demi tetes) sampai berubah warna dari merah muda menjadi kuning pucat stabil.

Filtrat dipanaskan pada suhu 90 °C, didinginkan, dan disaring untuk membuang endapan yang mengandung ion besi. Kemudian filtrat dipanaskan kembali sampai suhu 90 °C dan tambahkan 10 mL CaCl₂ 5% sambil diaduk. Dinginkan dan diamkan filtrat pada suhu 5 °C semalaman. Selanjutnya sentrifugasi pada 2500 rev/menit selama 10 menit dan dekantasi supernatan, lalu larutkan endapan dalam 10 mL H₂SO₄ 1 M. Satukan kedua filtrat menjadi 300 mL, kemudian panaskan 125 mL filtrat sampai hampir mendidih. Lakukan titrasi dengan larutan KMnO₄ 0,05 M (sudah distandarkan) sampai timbul warna merah muda pucat stabil selama 30 detik menjadi merah muda (Badan Standar Nasional, 2020). Kemudian hitung kadar kalsium oksalat dengan persamaan:

$$\text{Kadar } CaC_2O_4 \text{ (mg/100 g)} = \frac{\text{Volume } KMnO_4 \times 0,00225 \times 2,4}{\text{Berat tepung} \times 5} \times 10^5$$

Keterangan:

Volume titran KMnO₄ (mL)

0,00225 = 1 cm³ larutan KMnO₄ 0,05 M ekuivalen dengan 0,00255 g asam oksalat anhidrat

2,4 = faktor pengencer (125 mL diambil dari 300 mL)

5 = reaksi redoks KMnO₄

3.4.6. Uji Viskositas Air Rendaman Umbi porang

Pada saat perendaman umbi porang dengan larutan NaCl 8%, larutan perendam menjadi lebih kental. Hal ini dikarenakan adanya gel licin berupa glukomanan yang bersifat larut dalam air dan menyebabkan air mengental (Sumarwoto, 2007; Zhu, F., 2018). Tujuan dari pengujian viskositas ini yaitu untuk mengetahui glukomanan yang larut dalam air saat proses perendaman umbi porang berbasis kekentalan air rendamannya. Viskositas merupakan ukuran yang menyatakan kekentalan dari suatu fluida atau cairan (Firdausi *et al.*, 2008). Pengukuran viskositas pada air rendaman dilakukan menggunakan viskometer Ostwald. Viskometer ini dapat digunakan untuk menentukan viskositas suatu cairan yang belum diketahui nilai viskositasnya dengan cara membandingkan nilai viskositas pembanding yang telah diketahui nilainya

(Firdausi *et al.*, 2008). Selain waktu alir, diperlukan pengukuran densitas dari masing-masing sampel air rendaman menggunakan piknometer untuk perhitungan viskositas.

Sebelum melakukan pengukuran viskositas, dilakukan pengukuran densitas air rendaman umbi porang terlebih dahulu menggunakan piknometer. Sebelum dilakukan pengukuran massa cairan, piknometer dikeringkan terlebih dahulu ke dalam oven selama 15 hingga 30 menit pada suhu 105 °C untuk memastikan tidak ada air yang terdapat di dalam piknometer. Lalu simpan piknometer ke dalam desikator selama 15 menit hingga piknometer dingin. Selanjutnya timbang piknometer kosong, kemudian dimasukkan sampel dan ditimbang kembali (Saputra *et al.*, 2018). Hasil timbangan piknometer kosong dan setelah terisi sampel dihitung densitasnya menggunakan rumus:

$$\rho \text{ (gr/mL)} = \frac{(W_2 - W_1)}{V_p}$$

Keterangan:

W_1 = berat piknometer kosong (gr)

W_2 = berat piknometer + sampel (gr)

V_p = volume piknometer (mL)

Selanjutnya dilakukan pengukuran viskositas sampel air rendaman menggunakan viskometer Ostwald dengan cara mengukur rentang waktu yang dibutuhkan sampel air rendaman melewati 2 batas dalam tabung kapiler. Kemudian hasil dari pengukuran waktu alir dihitung viskositasnya menggunakan rumus (Estien, Y., 2005):

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}$$

Keterangan:

η_1 = viskositas cairan pembanding

ρ_1 = densitas cairan pembanding

t_1 = waktu alir cairan pembanding

η_2 = viskositas cairan yang ditentukan

ρ_2 = densitas cairan yang ingin ditentukan

t_2 = waktu alir cairan yang ingin ditentukan

Cairan pembanding yang digunakan dalam penentuan viskositas adalah aquades pada suhu 25 °C.