

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dimulai dari tanggal 16 Juni 2014 dan selesai pada tanggal 6 Agustus 2014. Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material dan Hayati Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FPMIPA) B, Laboratorium Riset Kimia Makanan Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA B, dan Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian mengenai peningkatan kadar mentol meliputi spatula, batang pengaduk, kaca arloji, gelas kimia 500 mL, gelas kimia 250 mL, gelas kimia 100 mL, gelas ukur 250 mL, gelas ukur 100 mL, Labu dasar bulat 250 mL, set alat destilasi bertingkat, set alat refluks, pipet tetes, kertas saring, corong, termometer 300°C, termometer 100°C, neraca analitik, *magnetic stirrer*, *hotplate*, *stirrer*, botol vial.

Alat instrumen yang digunakan untuk analisis adalah GC Shimadzu dan GC-MS Shimadzu. Dengan kondisi parameter yang digunakan pada GC pada tabel sebagai berikut ;

**Tabel 3.1.** Parameter pengukuran analisis GC

Parameter	Keterangan
Merk alat	Shimadzu 2010
Detector	FID 1
Suhu kolom	60 <sup>0</sup> C
Flow Kolom	1,31mL/min
Suhu detector	300 <sup>0</sup> C
Suhu injector	310 <sup>0</sup> C
Waktu analisa	30 menit

Volume injeksi	0,20 $\mu\text{L}$
----------------	--------------------

Kondisi parameter yang digunakan pada GC-MS pada tabel sebagai berikut ;

**Tabel 3.2.** Parameter pengukuran analisis GC-MS.

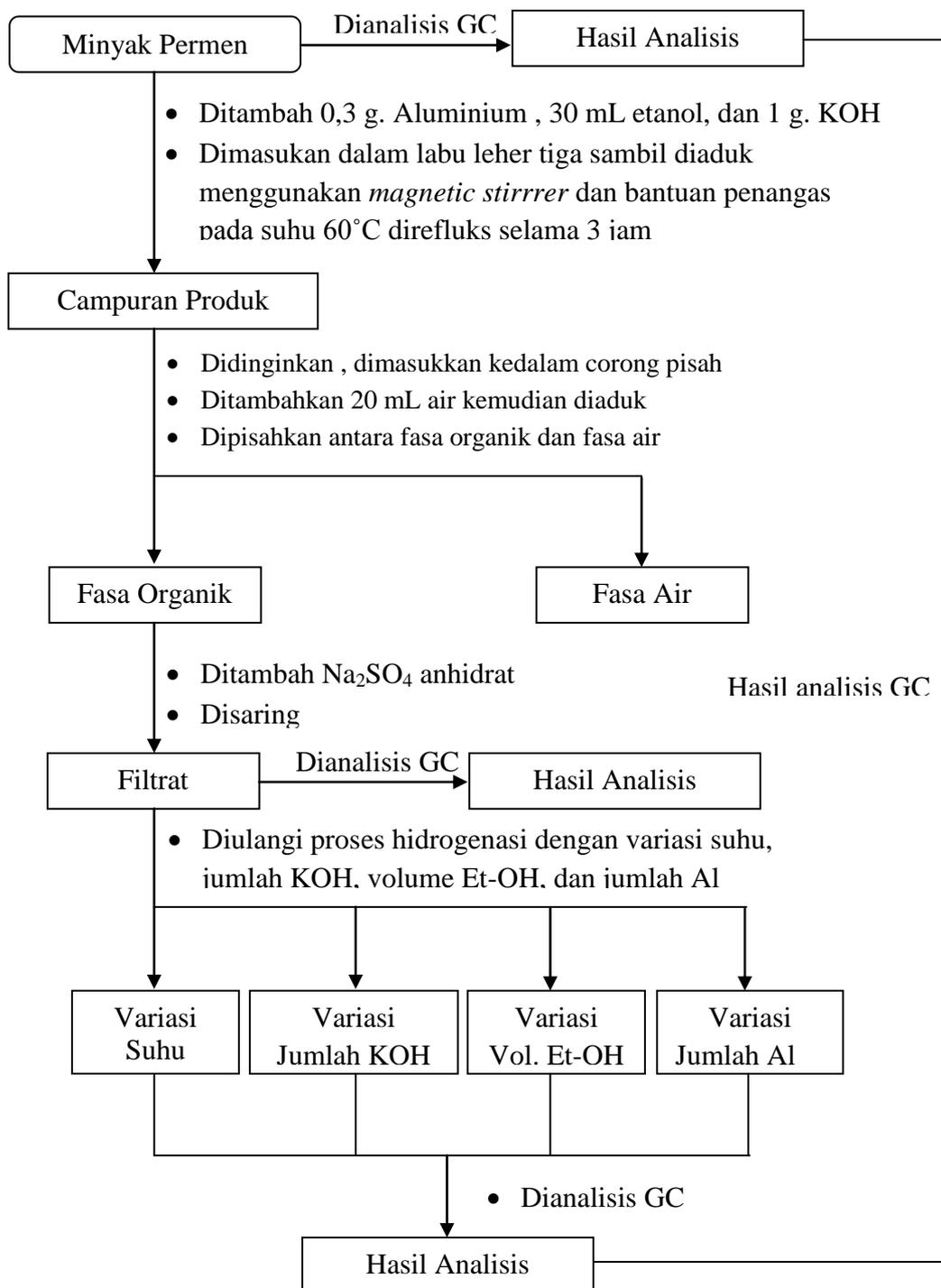
<b>Parameter</b>	<b>Keterangan</b>
Merk Alat	Shimadzu 2010
Detektor	FID 1
Suhu Kolom	60 <sup>0</sup> C
Flow Kolom	1,31mL/min
Suhu Detektor	230 <sup>0</sup> C
Suhu Injektor	280 <sup>0</sup> C
Waktu Analisa	30,75 menit
Volume injeksi	0,20µL

### 3.2.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini meliputi minyak permen, etanol 96%, Aluminium serbuk dari meubel Alumunium di daerah Sarijadi, KOH, dan aquades.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Pelaksanaan penelitian dilakukan dengan beberapa tahapan. Tahapan tersebut ditunjukkan pada bagan alir penelitian (Gambar 3.1)



### **Gambar 3.1.** Bagan Alir Penelitian

#### **3.4 Prosedur Penelitian**

##### **3.4.1 Analisis Awal Minyak Permen**

Tahap awal penelitian dimulai dengan melakukan analisis pada minyak permen menggunakan GC-MS dan GC. Pada tahap ini akan diperoleh data kromatogram yang menunjukkan jumlah senyawa yang terkandung pada minyak permen dan kuantitas masing-masing senyawa. Selanjutnya dilakukan proses refluks minyak permen menggunakan etanol, aluminium serbuk, dan KOH. Kemudian minyak hasil refluks ditambahkan aquades dalam corong pisah, minyak permen dan air dipisahkan. Kemudian ditambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat lalu disaring. Selanjutnya minyak permen dianalisis oleh GC. Proses refluks diulangi dengan beberapa variasi, yaitu variasi suhu, jumlah KOH, volume etanol, dan jumlah Aluminium.

##### **3.4.2 Tahap Optimasi**

###### **3.4.2.1 Optimasi Suhu**

Aluminium sebanyak 0,3 gram, 30 mL etanol, dan 1 gram KOH dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang dilengkapi thermometer. Selanjutnya, 25mL minyak permen dimasukkan kedalam labu dasar bulat disertai pengadukan. Campuran dipanaskan pada suhu  $40^\circ\text{C}$  dengan menggunakan penangas selama 3 jam. Selanjutnya minyak permen hasil reaksi ditambahkan aquades dalam corong pisah, kemudian dipisahkan. Bagian minyak permen ditambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat untu menarik sisa-sisa air. Minyak permen hasil reaksi yang telah bebas air dimasukkan ke dalam botol pial dan dianalisis dengan instrumen GC. Proses refluks dikerjakan ulang pada suhu : 20; 60; 80; dan  $100^\circ\text{C}$ . Semua hasil GC dibandingkan dan diperoleh suhu optimum.

###### **3.4.2.2 Optimasi Jumlah KOH**

Dari tahap sebelumnya, telah diperoleh data suhu optimum. Dalam proses optimasi jumlah KOH komposisi pereaksi yaitu aluminium sebanyak 0,3 gram, 30 mL etanol, dan 1 gram KOH. Pereaksi dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang dilengkapi termometer. Selanjutnya, 25 mL minyak permen dimasukkan ke dalam labu dasar bulat yang disertai dengan. Campuran dipanaskan pada suhu 40°C dengan menggunakan penangas selama 3 jam. Selanjutnya minyak permen hasil reaksi ditambahkan aquades dalam corong pisah sehingga terbentuk dua fasa, bagian minyak permen dan air dipisahkan. Minyak permen hasil pemisahan ditambahkan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat hingga Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> membentuk gumpalan, kemudian disaring dan dimasukkan ke dalam botol pial. Analisis minyak permen dilakukan dengan GC. Pengulangan proses refluks menggunakan variasi jumlah KOH sebanyak 0,5; 1,5; 2; dan 2,5 gram. Semua hasil GC dibandingkan dan diperoleh jumlah KOH optimum.

#### **3.4.2.3 Optimasi Volume Etanol**

Pada proses optimasi jumlah etanol aluminium sebanyak 0,3 gram, 30 mL etanol, 1,5 gram KOH, dan 25 mL minyak permen direfluks pada suhu 40°C yang disertai pegadukan. Hasil refluks ditambahkan aquades dalam corong pisah, kemudian minyak permen dan air dipisahkan. Bagian minyak permen ditambahkan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat untuk menarik sisa-sisa air. Hasil proses ini dianalisis dengan instrumen GC. Proses refluks dikerjakan ulang dengan variasi volume etanol : 10; 20; 40; dan 50 mL. Semua hasil GC dibandingkan dan diperoleh volume etanol optimum.

#### **3.4.2.4 Optimasi Jumlah Aluminium**

Optimasi jumlah aluminium dilakukan dengan mencampurkan aluminium 0,3 gram, 30 mL etanol, 1,5 gram KOH, dan 25 mL minyak permen yang dipanaskan dengan metode refluks pada suhu 40°C yang disertai pegadukan dengan *stirrer*. Hasil refluks ditambahkan aquades pada corong pisah dan dipisahkan bagian minyak permennya. Minyak permen yang diperoleh

ditambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat hingga air yang tersisa terserap semuanya yang ditandai dengan terbentuk gumpalan-gumpalan pada  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Produk dianalisis dengan GC. Proses refluks dikerjakan ulang dengan variasi jumlah aluminium : 0,5; 0,7; 0,9; dan 1,1 gram. Semua hasil GC dibandingkan dan diperoleh jumlah aluminium optimum.