

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

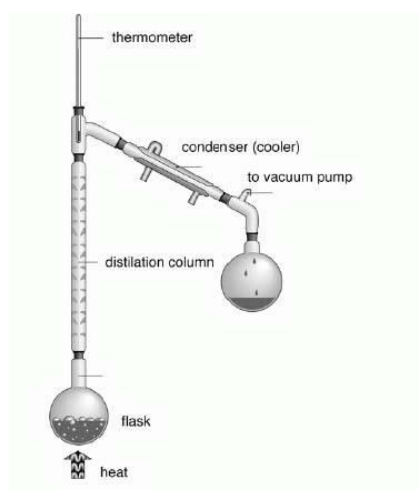
Penelitian ini dimulai pada tanggal 1 Maret 2014 dan selesai pada tanggal 18 Agustus 2014. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Instrumen (LKI), dan Laboratorium Kimia MIPA-B Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (FPMIPA UPI).

### 3.2 Alat Dan Bahan Penelitian

#### 3.2.1 Alat

Pada penelitian ini ada beberapa tahap yang dilakukan, yakni tahap destilasi bertingkat etanol, refluks, evaporasi, dan ekstraksi.

Peralatan yang digunakan pada tahapan destilasi bertingkat etanol dalam penelitian ini meliputi gelas kimia 1000 ml, Labu destilasi 1000 ml, statif, klem 3 jari pendingin bertingkat, batu didih, konektor T, termometer, selang karet pendingin *liebig*, dan adaptor, yang di set seperti pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Skema alat destilasi bertingkat etanol

Peralatan yang digunakan pada tahapan merefluks minyak permen dalam penelitian ini meliputi statif dan klem 3 jari, labu dasar bulat leher tiga, pendingin spiral, termometer, pemanas dan stirer, magnet, penangas, dan selang karet, yang di set seperti pada Gambar 3.2



Gambar 3.2 Set Alat Hidrogenasi Minyak Permen.

Peralatan yang digunakan pada tahapan evaporasi minyak permen dalam penelitian ini meliputi labu evaporator, set alat evaporator, dan pompa yang di set seperti pada gambar 3.3



Gambar 3.3 Set Alat Evaporator

Peralatan yang digunakan pada tahapan ekstraksi minyak permen dalam penelitian ini meliputi corong pisah, gelas ukur 10 ml, statif, ring klem dan pipet tetes seperti pada gambar 3.4



Gambar 3.4 Set alat ekstraksi

Alat instrumen yang digunakan untuk analisis adalah GC Shimadzu dan GC-MS Shimadzu (gambar 3.5). Dengan kondisi parameter yang digunakan pada GC pada tabel sebagai berikut ;



Gambar 3.5 Instrumen GC Shimadzu

Tabel 3.1 Parameter Pengukuran Analisis Spektrometri GC

| <b>Parameter</b> | <b>Keterangan</b>  |
|------------------|--------------------|
| 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 µL            |

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

Table 3.2 Parameter Pengukuran Analisis Spektrometri GC-MS.

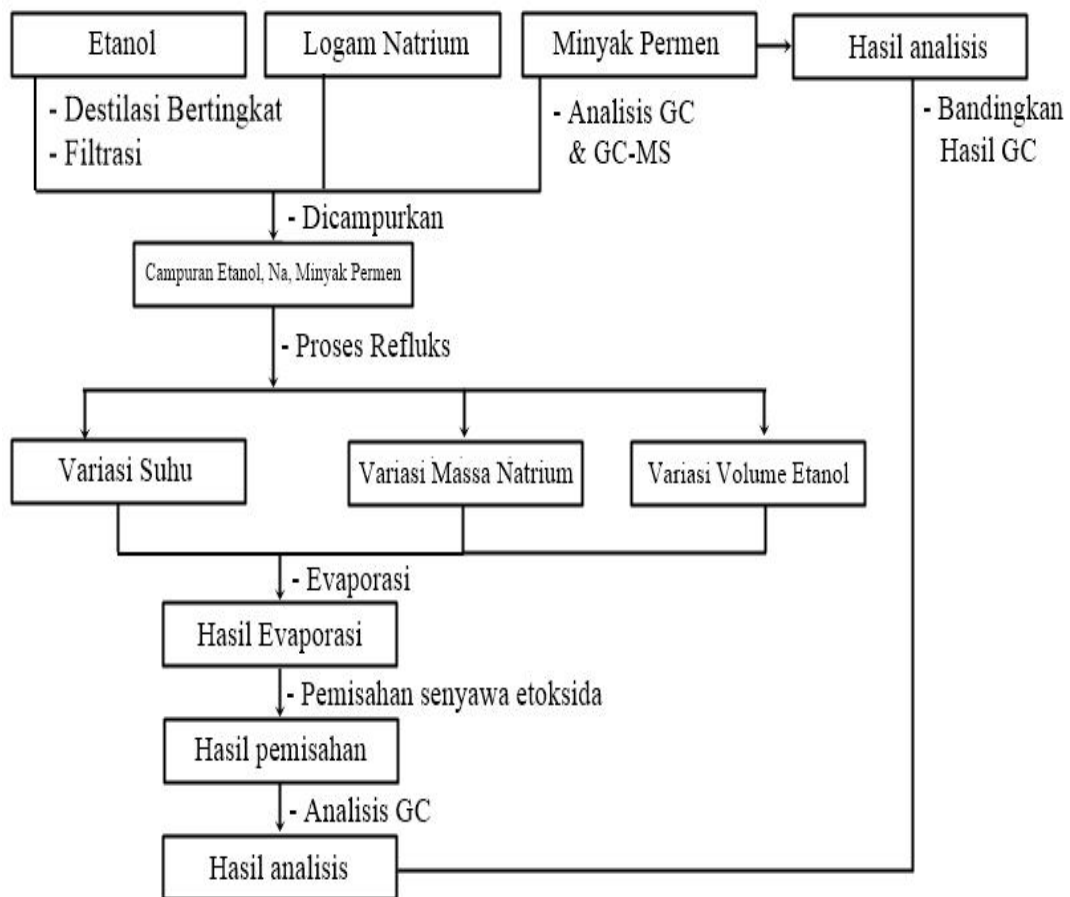
| <b>Parameter</b> | <b>Keterangan</b>  |
|------------------|--------------------|
| Merk Alat        | Shimadzu 2010      |
| Detektor         | FID 1              |
| Suhu Kolom       | 60 <sup>0</sup> C  |
| Flow Kolom       | 1,31ml/min         |
| Suhu Detektor    | 230 <sup>0</sup> C |

### 3.2.2 Bahan

Pada penelitian ini, bahan-bahan utama yang digunakan adalah minyak permen dari ekstrak tanaman *Mentha piperita*, logam natrium, etanol ( $C_2H_5OH$ ), dan Natrium Sulfat ( $Na_2SO_4$ )

### 3.3 Alur Penelitian

Pelaksanaan penelitian dilakukan dengan beberapa tahapan. Tahapan tersebut ditunjukkan pada bagan alir penelitian (Gambar 3.6)



Gambar 3.6 Bagan alir penelitian

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahap awal penelitian dimulai dengan melakukan analisis pada minyak permen menggunakan GC-MS dan GC. Pada tahap ini akan diperoleh data

komponen apa saja yang terkandung pada minyak permen dan jumlah masing-masing komponen. Selanjutnya dilakukan pemurnian etanol dengan metode destilasi bertingkat, tahapan ini bertujuan untuk memisahkan air yang terkandung pada etanol. Tahapan berikutnya adalah merefluks minyak permen yang dilanjutkan dengan tahapan evaporasi untuk menghilangkan pelarut dan tahapan ekstraksi untuk menghilangkan senyawa etoksida ( $C_2H_5ONa$ ). Minyak hasil proses tersebut kemudian di analisis menggunakan instrumen GC. Kemudian kedua hasil, yaitu hasil GC minyak sebelum direfluks dibandingkan dengan hasil GC minyak sesudah di refluks.

#### **3.4.1 Optimasi Suhu**

Sebelum proses refluks dimulai, etanol yang akan digunakan ditambahkan 1% natrium sulfat ( $Na_2SO_4$ ) dari volume etanol yang akan digunakan. Etanol dan minyak permen dimasukan kedalam labu dasar bulat leher tiga dengan perbandingan 1:1, kemudian ditambahkan 0,6 gram logam natrium kering kedalam campuran tersebut. Campuran etanol dan minyak permen kemudian direaksikan selama 3 jam dengan variasi suhu yang berbeda yaitu pada 15, 30, 45, dan  $60^{\circ}C$ . Setelah proses refluks selesai, campuran etanol dan minyak permen kemudian di evaporasi dengan menggunakan alat evaporator selama 15 menit, yang bertujuan untuk menguapkan pelarut. Hasil evaporasi kemudian di ekstraksi dengan air dengan perbandingan 1:1 dengan menggunakan corong pisah. Hasil ekstraksi diambil lapisan atasnya kemudian dianalisis menggunakan instrumen GC, kemudian hasil analisis dari GC dibandingkan untuk mengetahui suhu optimum.

#### **3.4.2 Optimasi Jumlah Natrium**

Pada tahap ini, telah diperoleh data suhu optimum. Sebelum proses refluks dimulai, etanol yang akan digunakan ditambahkan 1% natrium sulfat ( $Na_2SO_4$ ) dari volume etanol yang akan digunakan. Larutan etanol dan minyak permen dimasukan kedalam labu dasar bulat leher tiga dengan perbandingan 1:1, Campuran etanol dan minyak permen direaksikan pada suhu optimum selama 3 jam dengan variasi penambahan logam natrium yang berbeda yaitu sebanyak 0,2,

0,4, 0,6, dan 0,8 gram. Setelah proses refluks selesai, campuran etanol dan minyak permen kemudian di evaporasi dengan menggunakan alat evaporator selama 15 menit. yang bertujuan untuk menguapkan pelarut. Hasil evaporasi kemudian di ekstraksi dengan air dengan perbandingan 1:1 dengan menggunakan corong pisah. Hasil ekstraksi diambil lapisan atasnya kemudian dianalisis menggunakan instrumen GC, kemudian hasil analisis dari GC dibandingkan untuk mengetahui suhu optimum.

### **3.4.3 Optimasi Volume Etanol**

Pada tahap ini, telah diperoleh data suhu dan jumlah natrium optimum. Sebelum proses refluks dimulai, etanol yang akan digunakan ditambahkan 1% natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) dari volume etanol yang akan digunakan. Pada tahapan ini digunakan variasi volume etanol yang digunakan, yaitu 10, 20, 30, dan 40 ml. Campuran etanol dan minyak permen direaksikan pada suhu optimum selama 3 jam dengan penambahan jumlah natrium optimum. Setelah proses refluks selesai, campuran etanol dan minyak permen kemudian di evaporasi dengan menggunakan alat evaporator selama 15 menit yang bertujuan untuk menguapkan pelarut. Hasil evaporasi kemudian di ekstraksi dengan air dengan perbandingan 1:1 dengan menggunakan corong pisah. Hasil ekstraksi diambil lapisan atasnya kemudian dianalisis menggunakan instrumen GC, kemudian hasil analisis dari GC dibandingkan untuk mengetahui suhu optimum.