

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan dari bulan Nopember 2012 sampai Januari 2013. Lokasi penelitian di Laboratorium Riset dan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah berbagai alat-alat gelas yang umum digunakan dalam laboratorium kimia, seperangkat alat soxhlet, pemanas listrik, oven, lemari es, termometer, labu leher tiga, seperangkat alat refluks, desikator serta seperangkat alat *Gas Chromatography Mass Spectrometer* (GCMS).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini yaitu serbuk biji pepaya, n-heksan, p.a, BF₃, metanol 20%, NaOH, metanol p.a, HCl 0,1N serta kertas saring.

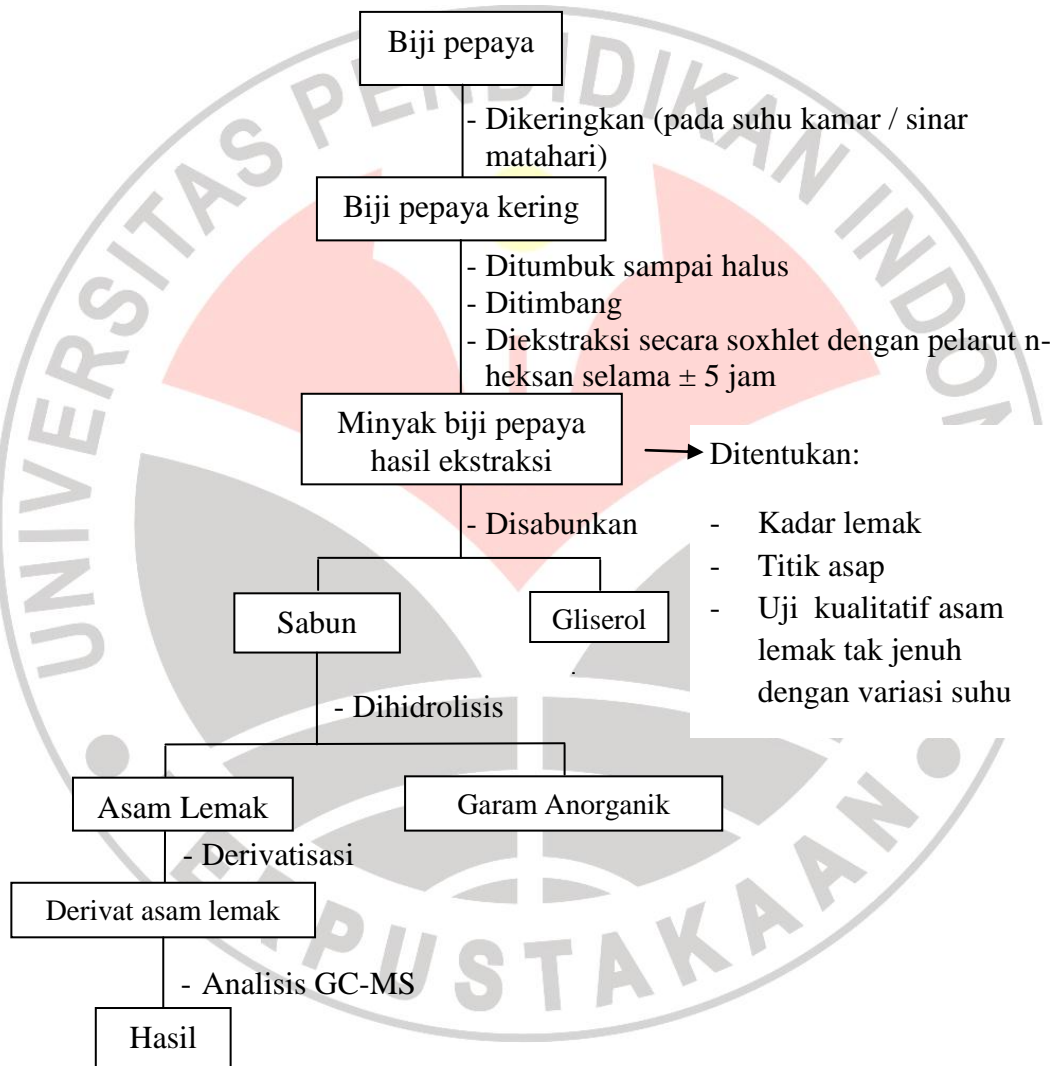
3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan terbagi dalam lima tahap yaitu pengeringan biji pepaya, ekstraksi minyak biji pepaya, penentuan komposisi asam

Nuha Inayah, 2013

Pengaruh Teknik Pengeringan Bahan Baku Pada Ekstraksi Minyak Biji Pepaya (Carica papaya L) Terhadap Kandungan Asam Lemak Tak Jenuhnya

lemak dalam minyak biji pepaya sebelum proses pemanasan, penentuan titik asap pada minyak biji pepaya hasil soxhletasi serta pengujian ketahanan asam lemak dalam minyak biji pepaya setelah proses pemanasan dengan variasi suhu. Gambar 3.1 menunjukkan bagan alir proses dari penelitian yang dilakukan.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

Nuha Inayah, 2013

Pengaruh Teknik Pengeringan Bahan Baku Pada Ekstraksi Minyak Biji Pepaya (Carica papaya L) Terhadap Kandungan Asam Lemak Tak Jenuhnya

3.3.1 Pengeringan Biji Pepaya

Ditimbang sebanyak 500 gram biji pepaya basah yang telah dicuci bersih, kemudian disimpan di atas wadah yang berbeda, setiap wadah berisi biji pepaya dengan berat yang sama. Selanjutnya pada wadah pertama biji pepaya basah dikeringkan pada suhu kamar sedangkan pada wadah kedua dikeringkan di bawah sinar matahari, keduanya dikeringkan hingga beratnya konstan.

3.3.2 Ekstraksi Minyak Biji Pepaya Secara Soxhlet

Ditimbang sebanyak 10 gram biji pepaya kering yang telah dihaluskan kemudian dibungkus dengan kertas saring berupa selongsong, bagian atas sampel ditutup dengan kapas lalu diikat. Selanjutnya kertas saring yang berisi sampel dimasukkan ke dalam badan soxhlet. Badan soxhlet disambungkan dengan labu didih yang telah di beri batu didih, yang sebelumnya dikeringkan terlebih dahulu di dalam alat pengering kemudian didinginkan dan ditimbang hingga beratnya konstan. Selanjutnya diekstraksi secara soxhlet dengan pelarut n-heksan, di atas penangas air selama ± 5 jam. Pelarut dipisahkan dari minyaknya secara langsung dengan sokhlet. Minyak yang terdapat dalam labu didih dipanaskan kembali di atas penangas air pada suhu $66-68^{\circ}\text{C}$. Labu didih yang berisi minyak dikeringkan dalam oven dan dikeringkan dalam desikator lalu ditimbang. Pengeringan dan penimbangan diulang sampai diperoleh berat yang konstan. Kadar minyak dapat diketahui dengan menghitung menggunakan rumus sebagai berikut:

Nuha Inayah, 2013

Pengaruh Teknik Pengeringan Bahan Baku Pada Ekstraksi Minyak Biji Pepaya (Carica papaya L) Terhadap Kandungan Asam Lemak Tak Jenuhnya

$$\text{Kadar Minyak} = \frac{(B-A)}{\text{Bobot contoh (gram)}} \times 100 \%$$

A = Bobot labu kosong + batu didih (gram)

B = Bobot labu + minyak (gram) + batu didih (gram)

(Andarwulan, dkk, 2011).

3.3.3 Penentuan Jenis Asam Lemak dalam Minyak Biji Pepaya

Sebelum memperoleh asam lemak pada minyak biji pepaya maka dilakukan proses penyabunan dan hidrolisis. Kemudian ditentukan jenis asam lemak minyak biji pepaya sebelum dan sesudah proses pemanasan dengan analisis GC-MS. Asam lemak merupakan senyawa yang tidak mudah menguap sehingga untuk analisis dengan GCMS dilakukan derivatisasi menggunakan BF_3 .

3.3.3.1 Penyabunan Minyak Biji Pepaya

Minyak biji pepaya sebanyak 1,8 gram dimasukkan kedalam labu leher tiga yang telah dilengkapi dengan kondensor refluks dan termometer. Kemudian ditambah 10 mL NaOH 0,5 M dalam metanol ke dalam labu leher tiga yang berisi minyak biji pepaya tersebut. Labu leher tiga ini ditempatkan di atas penangas air, kemudian di refluks dan dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Suhu larutan dalam labu leher tiga dijaga konstan pada suhu 60°C (Istadi, 2012).

3.3.3.2 Analisis asam lemak pada minyak biji pepaya dengan GC-MS

Nuha Inayah, 2013

Pengaruh Teknik Pengeringan Bahan Baku Pada Ekstraksi Minyak Biji Pepaya (Carica papaya L) Terhadap Kandungan Asam Lemak Tak Jenuhnya

Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) digunakan untuk menganalisis komposisi asam lemak yang terdapat dalam minyak biji pepaya. Sabun hasil penyabunan ditambah HCL 0,1M sebanyak 10 tetes lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 5 menit (Istadi, 2012). Asam lemak bebas yang terbentuk ditambah BF₃ metanol 20% dengan perbandingan 1:3, 10 tetes minyak dan 30 tetes BF₃, kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Tabung reaksi ditempatkan di atas penangas air lalu dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Suhu larutan dijaga pada suhu 60°C. Kemudian didinginkan, derivat asam lemak yang terbentuk diambil sebanyak 1 µl untuk diinjeksikan ke dalam alat kromatografi gas (Istadi, 2012).

Analisis GCMS dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia UPI. Adapun kondisi GC-MS yang digunakan adalah suhu kolom 60°C, suhu injektor 310°C, suhu detektor 320°C, volume injeksi 0,2 µL, tekanan 100 kPa, laju alir 36 mL/menit, gas pembawa helium, kolom DB-5ms, panjang kolom 30 m dan diameter kolom 0,25 mm.

3.3.4 Penentuan Titik Asap

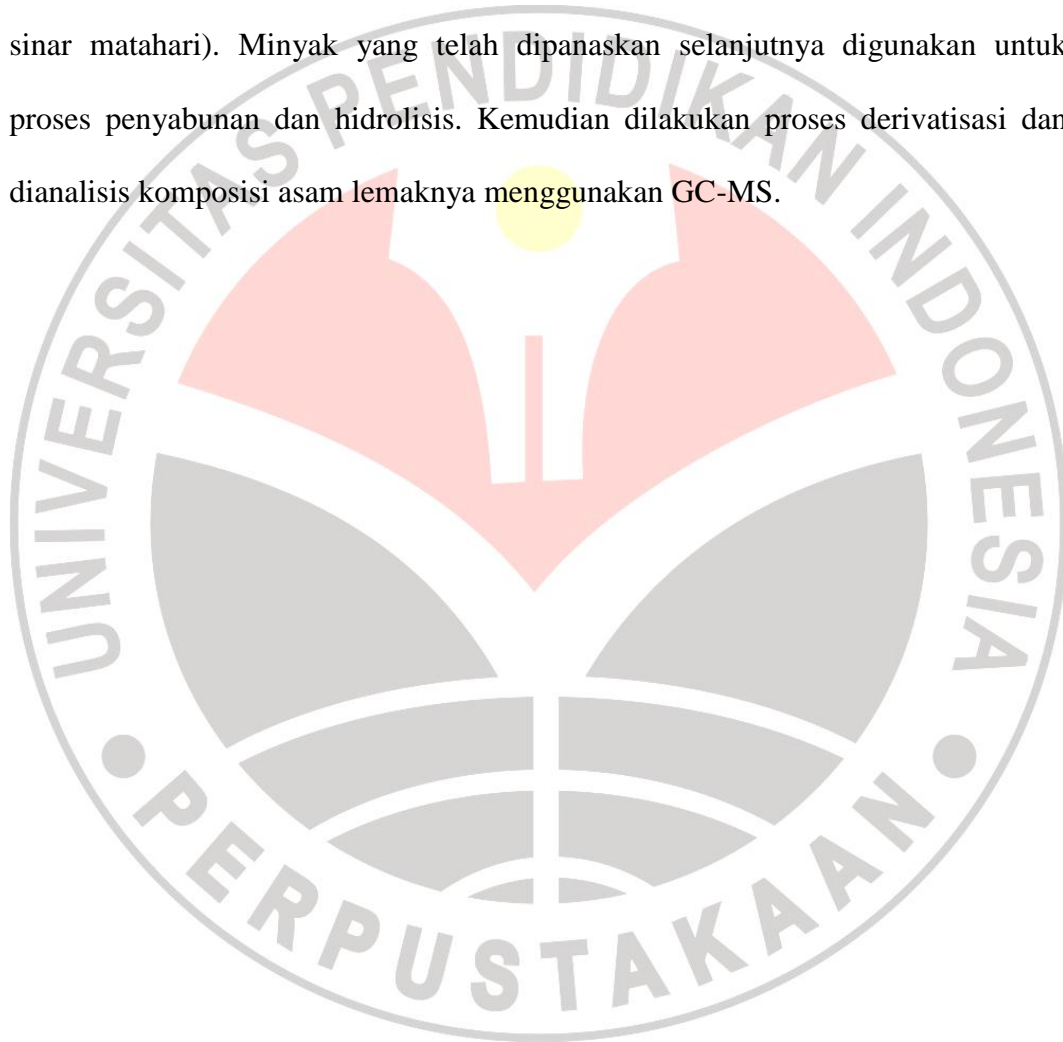
Sebanyak 2 mL minyak biji pepaya dimasukkan ke dalam gelas kimia yang dilengkapi dengan termometer. Kemudian dipanaskan di atas *hot plate*, suhu diamati hingga terbentuk asap (Winarno, 2002).

3.3.5 Uji Kualitatif Asam Lemak Tak Jenuh dalam Minyak Biji Pepaya Setelah Proses Pemanasan

Nuha Inayah, 2013

Pengaruh Teknik Pengeringan Bahan Baku Pada Ekstraksi Minyak Biji Pepaya (Carica papaya L) Terhadap Kandungan Asam Lemak Tak Jenuhnya

Pada tahapan ini minyak biji pepaya sebanyak 2 mL dimasukkan masing-masing ke dalam 5 buah gelas kimia. Kemudian setiap gelas kimia yang berisi minyak biji pepaya dipanaskan di atas *hot plate* masing-masing pada suhu 41°C, 91°C, 141°C, 191°C dan 241°C (pengeringan biji pepaya pada suhu kamar) dan pada suhu 28°C, 78°C, 128°C, 178°C dan 228°C (pengeringan biji pepaya dengan sinar matahari). Minyak yang telah dipanaskan selanjutnya digunakan untuk proses penyabunan dan hidrolisis. Kemudian dilakukan proses derivatisasi dan dianalisis komposisi asam lemaknya menggunakan GC-MS.



Nuha Inayah, 2013

Pengaruh Teknik Pengeringan Bahan Baku Pada Ekstraksi Minyak Biji Pepaya (Carica papaya L) Terhadap Kandungan Asam Lemak Tak Jenuhnya

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu