

BAB III

ALAT, BAHAN, DAN CARA KERJA

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Farmasi Kuantitatif Departemen Farmasi FMIPA UI, dalam kurun waktu Februari 2008 hingga Mei 2008.

A. ALAT

1. Kromatografi Gas Shimadzu 17A yang dilengkapi dengan detektor ionisasi nyala (FID), kolom kapiler dengan panjang 50 meter dan diameter dalam 0,32 mm, dengan fase diam CBP-10. Suhu injektor yang digunakan 230°C dan suhu detektor yang digunakan 250°C. *Split ratio* 1:10.
2. *Data Processor Class GC Solution*
3. *Mycrosyringe* 5 µL (Hamilton)
4. Pemanas listrik
5. Pengaduk magnetik (stirrer)
6. Pendingin balik (refluks)
7. Piknometer
8. Alat-alat gelas yang umum digunakan dalam analisis kuantitatif

B. BAHAN

Minyak jelantah dari rumah makan; Metanol teknis; NaOH (Merck); Aquades DM (Brataco Chemica); Na₂SO₄ anhidrat (Merck); Etanol 96%; Larutan KHP 0,1 N; Larutan KOH 0,1 N; Indikator fenolftalein (PP); Larutan KOH 0,5 N; Larutan HCl 0,5 N; KIO₃ (Merck); Larutan H₂SO₄ 2 N; Larutan Wijs (Merck); Larutan KI 15 %; Larutan Kanji 1 %; Kloroform (Merck); Asam asetat glasial (Merck); Larutan KI jenuh; Larutan Na₂S₂O₃ 0,1 N; Heksan p.a (Merck); Gas Helium UHP; Gas Hidrogen HP; Gas Nitrogen HP.

C. CARA KERJA

1. Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah

Ditimbang secara seksama \pm 65 g minyak jelantah, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer kering tertutup, ditambahkan metanol dengan variasi perbandingan mol serta ditambahkan juga KOH sebanyak 1,5% dari berat minyak jelantah (perbandingan mol antara metanol dengan minyak jelantah yang dibuat adalah 4:1, 5:1, 9:1, 10:1, 12:1, dan 20:1). Kemudian dilakukan pencampuran menggunakan pengaduk magnetik (stirrer) selama 1 jam pada suhu 40°C. Selanjutnya campuran tersebut dipindahkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama \pm 1 jam hingga terbentuk 2 lapisan (Lapisan atas merupakan metil ester dan lapisan bawah merupakan gliserol). Masing-

masing lapisan (metil ester dan gliserol) ditampung pada Erlenmeyer yang berbeda.

2. Pencucian dan Penguapan

Dipanaskan aquades yang sama banyak dengan jumlah metil ester hingga 60°C. Kemudian aquades tersebut dituangkan ke dalam metil ester. Metil ester dan air dipisahkan dengan menggunakan corong pisah. Proses pencucian diulangi sampai 3 kali. Selanjutnya metil ester yang telah dicuci sebanyak 3 kali ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat di cawan penguap, lalu didekantasi dan dituang cairan bagian atas ke cawan penguap lainnya. Cairan tersebut dipanaskan hingga suhu 100°C sampai gelembung-gelembung uap air hilang.

3. Penentuan Kemurnian Metil Ester

a. Penentuan Angka Asam

Ditimbang secara seksama ± 1 g metil ester, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, lalu ditambahkan 10 mL etanol 96%. Erlenmeyer dipasang pada pendingin balik. Larutan dipanaskan sampai mendidih, lalu pemanasan dilanjutkan selama 10 menit dan dibiarkan menjadi dingin. Setelah dingin, larutan ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein (PP). Kemudian larutan dititrasi dengan larutan KOH 0,1142 N (telah dibakukan dengan kalium

hidrogen ftalat (KHP)) sampai terlihat warna merah jambu. Selanjutnya dilakukan perhitungan angka asam dengan rumus:

$$\text{Angka asam} = \frac{A \times N \times 56,1}{G}$$

Dimana:

A = volume larutan KOH 0,1142 N yang dibutuhkan untuk reaksi

N = normalitas larutan KOH (0,1142 N)

G = berat sampel metil ester

56,1 = berat molekul KOH

b. Penentuan Angka Penyabunan

Ditimbang secara seksama ± 1 g metil ester, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, lalu ditambahkan 12,5 mL larutan KOH 0,5165 N (telah dibakukan dengan KHP). Erlenmeyer dipasang pada pendingin balik. Larutan dipanaskan sampai mendidih, lalu pemanasan dilanjutkan selama 10 menit dan dibiarkan menjadi dingin. Setelah dingin, larutan ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein (PP). Kemudian larutan dititrasi dengan larutan HCl 0,5 N sampai terlihat warna merah jambu. Selanjutnya dilakukan titrasi blangko dan dilakukan perhitungan angka penyabunan dengan rumus:

$$\text{Angka penyabunan} = \frac{(A - B) \times N \times 56,1}{G}$$

Dimana:

A = volume larutan HCl 0,5 N yang dibutuhkan untuk titrasi blangko

B = volume larutan HCl 0,5 N yang dibutuhkan untuk titrasi sampel metil ester

N = normalitas larutan KOH (0,5165 N)

G = berat sampel metil ester

56,1 = berat molekul KOH

c. Penentuan Angka Iod

Ditimbang secara seksama $\pm 0,1$ g metil ester, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, lalu larutkan dengan 2 mL kloroform. Larutan Wijs dipipet sebanyak 5,0 mL dimasukkan ke dalam larutan tersebut dan didiamkan selama 30 menit di tempat yang terlindung dari cahaya, dengan sesekali dikocok. Setelah 30 menit, ditambahkan 2 mL larutan KI 15% dan dikocok. Kemudian larutan dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1052 N (telah dibakukan dengan kalium iodat (KIO_3)) sampai larutan berwarna kuning pucat dan ditambahkan 1 mL larutan kanji (larutan menjadi biru), lalu lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang. Selanjutnya dilakukan titrasi blangko dan dilakukan perhitungan angka iod dengan rumus:

$$\text{Angka iod} = \frac{(A - B) \times N \times 12,69}{G}$$

Dimana:

A = volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1052 N yang dibutuhkan untuk titrasi blangko

B = volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1052 N yang dibutuhkan untuk titrasi sampel metil ester

N = normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,1052 N)

G = berat sampel metil ester

d. Penentuan Angka Peroksida

Ditimbang secara seksama $\pm 0,5$ g metil ester, dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, lalu ditambahkan 15 mL campuran pelarut yang terdiri dari asam asetat glasial dan kloroform dengan perbandingan 3:2 (v/v). Setelah seluruh metil ester larut, ditambahkan 0,5 mL larutan KI jenuh sambil dikocok dan didiamkan selama 2 menit. Kemudian ditambahkan 30 mL aquades. Kelebihan iod dalam larutan dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1052 N (telah dibakukan dengan KIO_3) sampai warna kuning lapisan kloroform hilang. Selanjutnya dilakukan titrasi blangko dan dilakukan perhitungan angka peroksida dengan rumus: (hasil dinyatakan dalam mEq/1000 g metil ester)

$$\text{Angka peroksida} = \frac{(B - A) \times N \times 1000}{G}$$

Dimana:

A = volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1052 N yang dibutuhkan untuk titrasi blangko

B = volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1052 N yang dibutuhkan untuk titrasi sampel metil ester

N = normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,1052 N)

G = berat sampel metil ester

e. Penentuan Densitas (Berat Jenis)

Ditimbang piknometer kosong yang kering. Metil ester dimasukkan ke dalamnya sampai melewati lubang kapiler pada tutup piknometer (sampel yang luber dibersihkan dengan kertas penyerap). Kemudian ditimbang kembali piknometer yang sudah berisi metil ester. Selanjutnya dilakukan perhitungan densitas dengan rumus:

$$\text{Berat jenis} = \frac{(A - B)}{V}$$

Dimana:

A = berat piknometer yang berisikan sampel metil ester

B = berat piknometer kosong

V = volume sampel metil ester dalam piknometer (10 mL)

4. Penentuan Kadar Total Metil Ester

a. Pencarian Kondisi Analisis Optimum Metil Ester

Ditimbang secara seksama ± 700 mg metil ester, dimasukkan ke dalam labu ukur 5,0 mL dan dicukupkan volumenya dengan heksan hingga batas dan dikocok homogen, kemudian sebanyak 1,0 μ L larutan diinjeksikan pada kromatografi gas.

Parameter yang diubah adalah suhu awal kolom dan kecepatan alir gas pembawa. Pertama-tama elusi dilakukan dengan variasi kecepatan alir gas pembawa antara lain 1,35; 1,80; 2,00 mL/menit dengan pemrograman

suhu dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai mencapai suhu 230°C dan dipertahankan selama 100 menit. Kemudian dilakukan variasi suhu awal kolom yaitu pada suhu 120°C, 130°C, dan 140°C. Untuk semua elusi, suhu injektor 230°C dan suhu detektor 250°C.

Masing-masing kondisi dicatat waktu retensinya dan dihitung jumlah lempeng teoritis. Kondisi terpilih adalah kondisi yang menunjukkan harga lempeng teoritis (N) yang tinggi, HETP kecil, dan resolusi yang paling baik ($\geq 1,5$).

b. Penentuan Kadar Total Metil Ester dengan Kromatografi Gas

Ditimbang secara seksama ± 50 mg metil ester, dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL dan dicukupkan volumenya dengan heksan hingga batas, dikocok homogen. Diperoleh larutan dengan konsentrasi 5000 ppm. Kemudian larutan dengan konsentrasi tersebut disuntikkan pada kromatografi gas sebanyak 1,0 μ L dengan kondisi analisis terpilih. Kadar total metil ester ditentukan dengan metode normalisasi. Perhitungan kadar total metil ester adalah 100% dikurangi dengan kadar gliserol dan asam lemak bebas yang terdapat di dalam sampel.