

MANUAL PROSEDUR ANALISIS SIFAT FISIKO-KIMIA MINYAK AKAR WANGI

Disusun oleh:
Jamaludin Al Anshori, S.Si



**LABORATORIUM KIMIA BAHAN ALAM & LINGKUNGAN
JURUSAN KIMIA FMIPA
UNIVERSITAS PADJADJARAN
2006**

DAFTAR HALAMAN

Manual Prosedur Pengukuran Berat Jenis.....	1
Manual Prosedur Pengukuran Indeks Bias	2
Manual Prosedur Pengukuran kelarutan dalam Etanol	3
Manual Prosedur Pengukuran Bilangan Asam	4
Manual Prosedur Pengukuran Bilangan Ester	5
Manual Prosedur Pengukuran Bilangan Ester setelah Asetilasi	6
Manual Prosedur Pengukuran Pengukuran Kadar Lemak	7
Skema Susunan Alat Refluks	8
Skema Susunan Alat Ekstraksi Partisi (Pemisahan 2 jenis Cairan terpisah)	9
Skema Susunan Alat Proses Titrasi	10
Daftar Pustaka	11

Manual Prosedur Pengukuran Berat Jenis

Piknometer Kosong

- Dicuci dan dibersihkan
- Dibilas dengan etanol & aseton beberapa kali
- Dikeringkan dengan blower
- Dibiarkan dalam lemari timbang 30'
- Ditimbang (**m**)

Piknometer Isi Air

- Disisipkan penutupnya & dikeringkan piknometernya
- Dibiarkan dalam lemari timbang 30'
- Ditimbang (**m1**)
- Dicatat suhu pada waktu pengukuran
- Dikongkang isinya, dibilas dengan etanol & aseton beberapa kali
- Dikeringkan dengan blower

Piknometer Kosong

- Diisi sampel
- Disisipkan penutupnya & dikeringkan piknometernya
- Dibiarkan dalam lemari timbang 30'
- Ditimbang (**m2**)

Berat Sampel

- Dimasukkan ke dalam rumus BJ

Berat Jenis Sampel

Perhitungan

$$Bj. d_{T_1/T_1} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}$$

MANUAL PROSEDUR PENGUKURAN INDEKS BIAS

Refraktometer

- Usap permukaan gelas tempat sampel dengan tissue basah berisi aseton sampai bersih & kering
- Sampel ditetaskan ke dalam tempat sampel
- Dibaca indeks biasnya
- Ukur suhu ruangan dimana pengukuran dilakukan kemudian dicatat
- Cuci permukaan gelas tempat sampel dengan tissue basah berisi aseton sampai bersih & Kering
- Hitung hasil pengukuran dengan rumus dibawah

Indeks Bias Sampel

$$\text{Indeks bias } n_{d}^{20} = n_{d}^{t_1} + 0,0003 (t_1 - 20)$$

Dimana :

$n_{d}^{t_1}$ = pembacaan yang dilakukan pd suhu pengerjaan t_1

0,00053 = faktor koreksi

MANUAL PROSEDUR PENGUKURAN KELARUTAN DALAM ALKOHOL 90%

1 mL Sampel

- Dimasukkan dalam gelas ukur 10 mL
- Ditambah 1 mL demi 1 mL alkohol 90% perlahan sambil dikocok
- Diamati dan dicatat perubahan kekeruhan pada setiap penambahan alkohol

Jernih / Keruh

NB : Setiap Penambahan 1 mL alkohol diamati kekeruhannya (lapisan alkohol & minyak) dan diukur volume minyak yang tidak larut (lapisan keruh), kemudian volumenya tersebut dibandingkan terhadap volume total.

Selama masih ada lapisan keruh minyak/terdapat 2 lapisan, maka penambahan alkohol diteruskan dan diamati untuk setiap penambahan 1 mL alkohol, sampai maksimal volume total 10 mL (1 mL minyak + 9 mL alkohol)

MANUAL PROSEDUR PENGUKURAN BILANGAN ASAM

4 ± 0,05 gr Sampel

- Ditimbang dalam labu refluks
- Ditambah 5 mL etanol netral
- Ditambah 5 tetes fenolftalein (0,4 g/L dim etanol 20% (v/v))
- Dititer dengan alkohol KOH 0,1 N
(6 g KOH dilarutkan dalam 15 mL air & diencerkan dengan alkohol 95% s.d. 1 L)

Larutan warna merah jambu

- Diukur volume pentiter
- Dimasukkan ke dalam rumusan

Bilangan Asam

Perhitungan Bilangan Asam

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times 56,1}{\text{g sampel}}$$

MANUAL PROSEDUR PENGUKURAN BILANGAN ESTER

- Pengujian Blanko

Labu Penyabunan

- Ditambah 5 mL etanol & 25 mL KOH 0,5 N dalam alkohol
- Ditambah potongan batu didih (potongan porselen)
- Direfluks 1 jam secara hati-hati

Larutan Hasil Refluks

- Didiamkan sampai dingin
- Ditambah 5 tetes fenolfthalein
- Dititrasi dengan HCl 0,5 N
- Dicatat volume pentiter

Volume Pentiter
Blanko (V_0)

- Pengujian Sampel

4 g sampel (m)

- Dimasukkan dalam labu
- Ditambah 25 mL KOH 0,5 N dalam alkohol, batu didih (potongan porselen)
- Direfluks

Larutan Hasil Refluks

- Didiamkan sampai dingin
- Kondensor dilepaskan

Larutan Hasil Refluks

- Ditambah 5 tetes fenolfthalein
- Dititrasi dengan HCl 0,5 N (N)
- Dicatat volume pentiter

Volume Pentiter
Sampel (V_1)

- Perhitungan

$$E = \frac{56,1 \times (V_0 - V_1) \times N}{m}$$

E = Bilangan Ester

**MANUAL PROSEDUR PENGUKURAN
BILANGAN ESTER SETELAH ASETILASI**

10 mL sampel

- Ditambahkan 10 mL as.asetat anhidrat
- Ditambah 2 g Natrium asetat anhidrat dalam labu Refluks
- Ditambah potongan batu didih (potongan porselen)
- Direfluks 2 jam secara hati-hati

Larutan Hasil Refluks

- Didiamkan sampai dingin
- Ditambah 50 mL aquades
- Dipanaskan pada suhu 40-50 °C 15' sesekali dikocok
- Didinginkan s.d suhu kamar
- Dimasukkan dalam corong pemisah dengan air bilasannya (2 x 10 mL aquades)
- Lapisan minyak dan air dipisahkan

Lapisan Minyak

- Dicuci berturut dengan 50 mL NaCl, 50 mL NaCO₃, 50 mL NaCl, 20 mL aquades
- Dikocok dan dicek dg lakmus sampai pH minyaknya netral

Lapisan Minyak

- Dimasukkan ke dalam tabung kering
- Dikocok beberapa kali selama 15' dg dicampur 3 gr MgSO₄ anh
- Minyak disaring, pengocokan diulangi dg 3 gr MgSO₄ anh sampai minyak bebas air

Minyak hasil asetilsi

- Ditimbang 2 g (m)
- Ditambah 2 mL aquades & 0,5 mL fenolftalein
- Ditambah 25 mL etanol KOH 0,5 N
- Direfluks 1 jam
- Didinginkan

Larutan Hasil Refluks

- Ditambah aquades 20 mL
- Kelebihan alkali dititrasi dengan HCl 0,5 N
- Dicatat volume pentiter V₁
- Dimasukkan ke dalam rumus, dihitung bilangan esternya

Bilangan Ester

Perhitungan

$$ESA = \frac{28,05 (V_0 - V_1)}{W}$$

Ulangi prosedur untuk mencari Volume blanko (V₀)

ESA = Bilangan Ester setelah asetilasi

MANUAL PROSEDUR PENGUKURAN KADAR LEMAK

10 tetes Minyak

- Dituangkan dalam tabung reaksi, ditambah 5 mL etanol
- Tabung reaksi dimasukkan ke dalam termos es (campuran es : garam (3:1))
- Dibiarkan selama 15'

Larutan keruh (lemak)

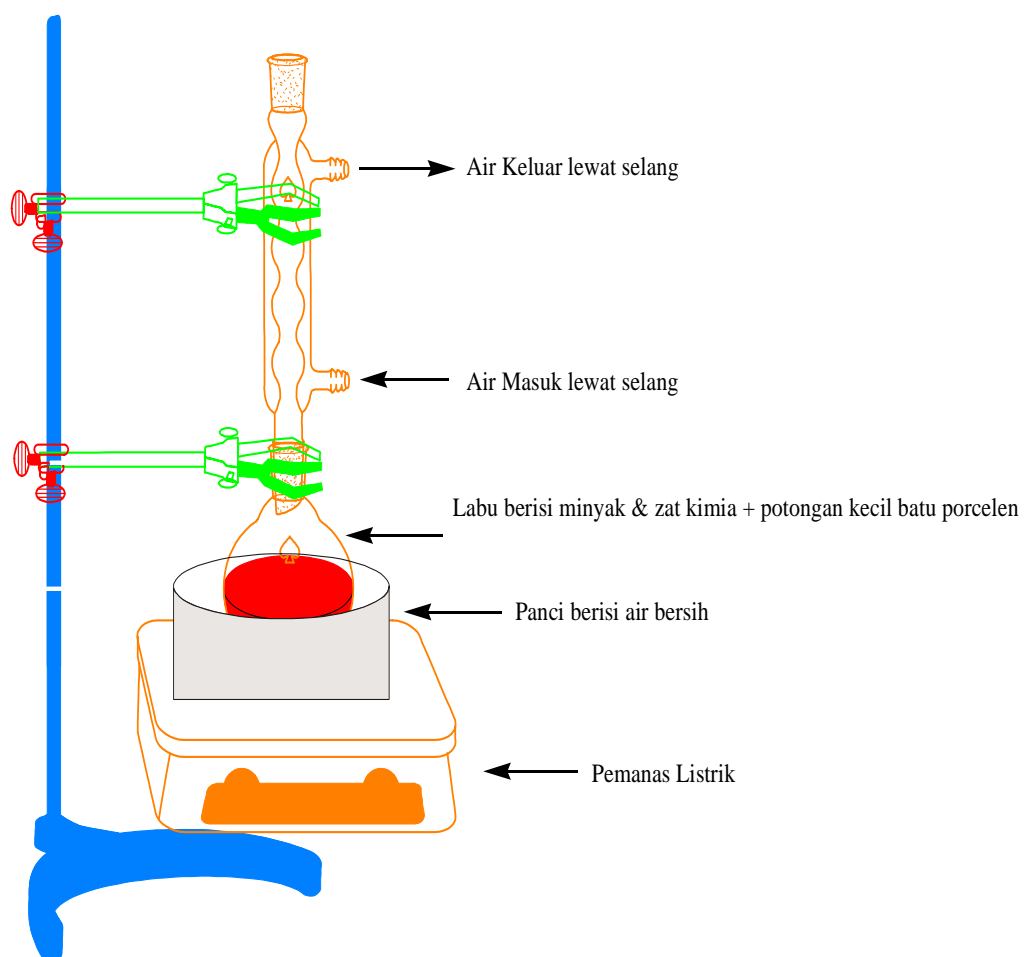
Prosedur lainnya

5 mL Minyak atsiri

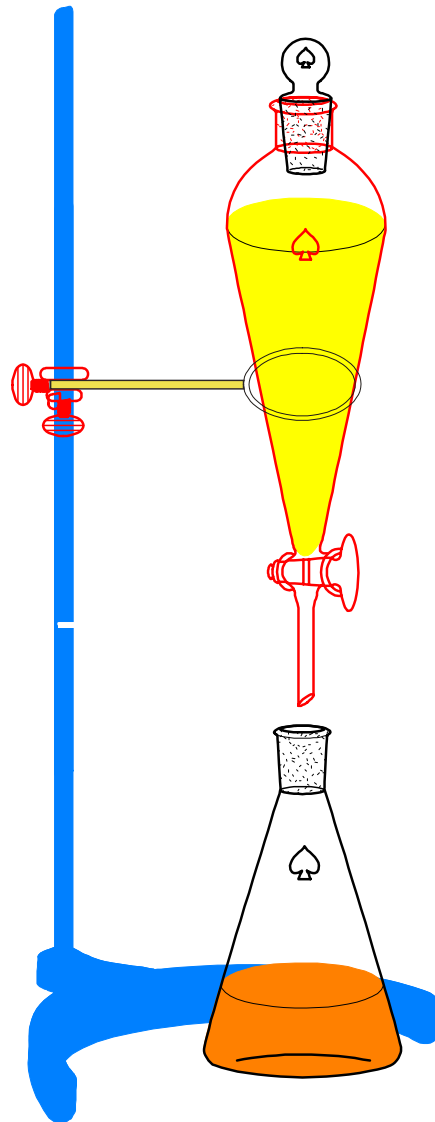
- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi
- Ditambah KOH 0,5 N
- Dikocok

Berbusa/berbuih (lemak)

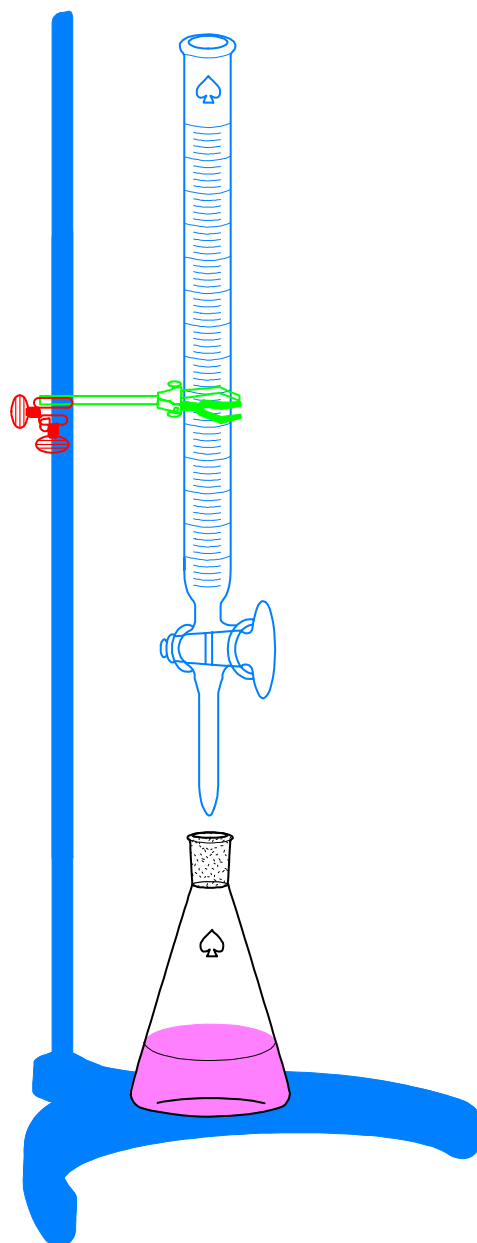
Skema Susunan Alat Refluks



Skema Susunan Alat Ekstraksi Partisi
(Pemisahan 2 jenis Cairan terpisah)



Skema Susunan Alat Proses Titrasi



DAFTAR PUSTAKA

Guenther, E., 1990., Minyak Atsiri., Jilid IV A, Diterjemahkan oleh Ketaren, S., Mulyono, R., UI-Press: Universitas Indonesia

Standar Nasional Indonesia, 1998, Analisis Sifat Fisiko-Kimia Minyak Akar Wangi ; SNI 06-2385-1998, BSN: Indonesia