

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Bahan dan Alat

III.1.1 Bahan

Biji Kapulaga

Petroleum Eter p.a

Aquades

Natrium sulfat anhidrat p.a

III.1.2 Alat

Seperangkat alat destilasi uap air

Evaporator Buchi

Refraktometer ABBE

Piknometer

Corong pisah

Neraca analitik Kern 870

Erlenmeyer

Gelas ukur

GC-MS Shimadzu QP-5000

III.2 Metodologi Penelitian

III.2.1 Penyediaan Bahan

Biji Kapulaga diperoleh dari pasar Johar Semarang. Biji kapulaga dikupas satu persatu.

III.2.2 Isolasi Minyak

Setengah kilo gram biji kapulaga yang telah dikupas didestilasi selama 6 jam dihitung dari tetesan pertama destilat yang keluar. Minyak yang terpisah dari air langsung dipisahkan dengan corong pisah sedangkan minyak yang masih tercampur dalam air maka minyak diekstrak dengan petroleum eter. Fasa organik dipisahkan dengan corong pisah. Pelarut petroleum eter diuapkan dengan evaporator Buchi untuk mendapatkan minyak kapulaga. Minyak yang diperoleh dari penguapan fasa organik digabung dengan minyak yang diperoleh pertama kali pemisahan. Air yang tersisa dalam minyak dihilangkan dengan natrium sulfat anhidrat.

III.2.3 Penentuan Rendemen dan Tetapan Fisik.

Minyak yang diperoleh ditentukan rendemen hasil dengan cara menimbang minyak yang diperoleh.

Minyak ditentukan indek bias pada suhu 20 °C. Satu tetes minyak ditetaskan pada prisma kerja kemudian ditentukan indek biasnya.

Berat jenis ditentukan dengan menggunakan alat piknometer. Botol piknometer kosong ditimbang, kemudian piknometer diisi dengan minyak

kapulaga hingga penuh dan direndam dalam suatu air dingin sekitar 5 menit dengan suhu 25 °C dan ditimbang. Sebagai pembanding digunakan aquades dengan suhu yang sama. Berat jenis dinyatakan dengan perbandingan antar berat minyak dan volume minyak.

III.2.4 Identifikasi Komponen Minyak Kapulaga

Komponen-komponen minyak kapulaga ditentukan dengan alat GC-MS dengan kondisi operasi,

jenis pengionan	: EI (elektron impact) 70 eV
suhu injektor	: 270 °C
suhu detektor	: 280 °C
jenis kolom	: DB-1 (100% dimetil polisiloxan) 30 meter
suhu kolom	: 60 °C (4menit) s/d 230 °C, kenaikan 7.5 °C/menit
gas pembawa	: He dengan kecepatan mengalir 10 ml/menit
tekanan	: 15 Kpa
jumlah injeksi	: 0.5 mikro liter

Penentuan komponen minyak kapulaga dilakukan dengan membandingkan pola fragmentasi spektra MS cuplikan dengan pola fragmentasi spektra senyawa yang telah diketahui strukturnya yang berasal dari data base komputer yang telah dihubungkan dengan alat GC-MS.