

BAB V

METODOLOGI

5.1 Alat dan Bahan yang Digunakan

5.1.1 Alat yang Digunakan

Alat yang digunakan pada percobaan tersaji pada Tabel 4

Tabel 4. Alat yang Digunakan dalam Percobaan

No.	Nama Alat	Jumlah	Ukuran
1.	Rangkaian alat distilasi kaca	1	1000 lt
2.	Piknometer	1	10 ml
3.	Pipet tetes	2	-
4.	Neraca Digital	1	250 gram
5	Corong kaca	1	-
6.	Beaker glass	3	1000 ml (1) 500 ml (2)
7.	Gelas ukur	1	50 ml
8.	Pengaduk	1	-
9.	Labu takar	1	250 ml
10.	Gelas arloji	1	-
11.	Sendok plastik	1	-
12.	Gelas Ukur	1	10 ml

5.1.2 Bahan yang Digunakan

Bahan yang digunakan pada percobaan ini tersaji pada Tabel 5

Tabel 5. Bahan yang Digunakan dalam Percobaan

No.	Bahan	Jumlah
1.	Aquades	Secukupnya
2.	Minyak atsiri daun cengkeh	1000 ml
3.	Larutan NaOH 0,8 N	1100 ml
4.	Larutan HCl 0,1 N	Secukupnya

5.2 Tahapan-tahapan dalam Penelitian

Dalam percobaan yang akan dilakukan dalam 3 tahap, yaitu :

5.2.1 Tahap I (Proses Saponifikasi)

Pada tahap ini dilakukan pencampuran minyak atsiri daun cengkeh dengan larutan NaOH 0,8 N, kemudian didiamkan selama 24 jam hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan bawah berupa Na-eugenolat dan lapisan atas berupa senyawa organik lain, kemudian dipisahkan dan larutan Na-eugenolat ditambahkan dengan larutan HCl 0,1 N hingga pH 3-4.

5.2.2 Tahap II (Pemurnian Eugenol dengan Distilasi Vakum)

Pada tahap ini dilakukan pemurnian eugenol hasil isolasi pada tahap 1 dengan proses destilasi vakum sesuai variabel refluks yang telah ditentukan.

5.2.3 Tahap III (Analisa)

Pada tahap ini dilakukan analisa terhadap eugenol hasil pemurnian, meliputi penentuan berat jenis, penentuan kelarutan dalam alcohol, penentuan Bilangan Asam, Penentuan Kadar Eugenol dan uji organoleptik.

5.3 Prosedur Percobaan dan Analisa Produk

5.3.1 Prosedur Percobaan

Adapun prosedur percobaan pemurnian eugenol dari minyak atsiri daun cengkeh yang dilakukan secara sistematis. Prosedur percobaan yang dilakukan tersaji pada Gambar 7 berikut.

Minyak atsiri daun cengkeh sebanyak 1000 ml dicampur dengan larutan NaOH 0,8 N sebanyak 1100 ml, kemudian dihomogenkan dan diamkan campuran selama 24 jam



Setelah 24 jam, campuran membentuk dua lapisan yaitu lapisan bawah berupa Na-eugenolat dan lapisan atas berupa senyawa organik lain.



Pisahkan kedua lapisan dan larutan Na-eugenolat ditambahkan dengan larutan HCl 0,5 N hingga pH 3-4.



Masukkan larutan Na-eugenolat kedalam labu leher tiga pada rangkaian alat destilasi vakum.



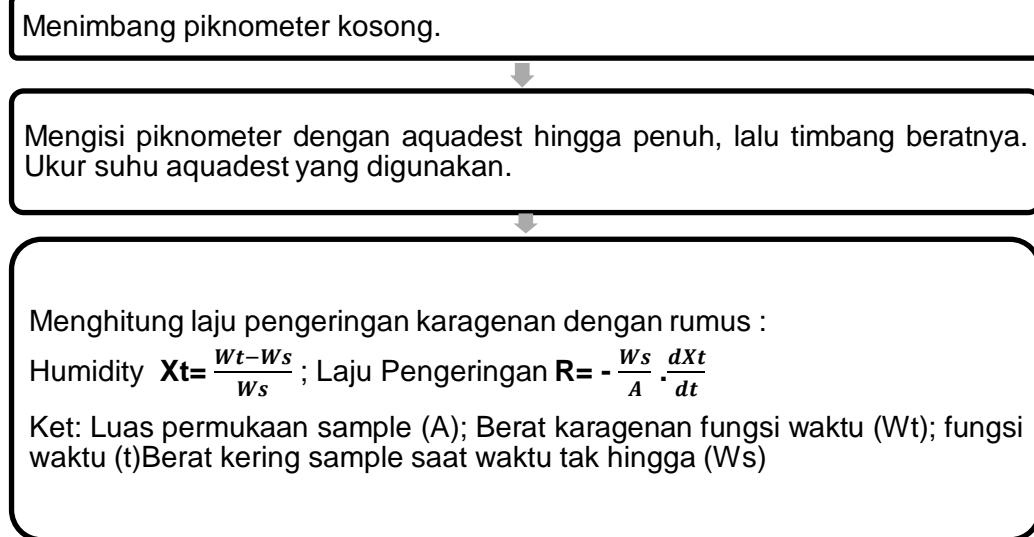
Panaskan campuran hingga mencapai suhu 220°C dan refluks sesuai variabel dan lakukan destilasi selama 30 menit. Lakukan pengujian terhadap produk eugenol yang diperoleh

Gambar 7. Prosedur Percobaan Pembuatan eugenol

5.3.2 Analisa Produk

5.3.2.1 Penentuan Berat Jenis

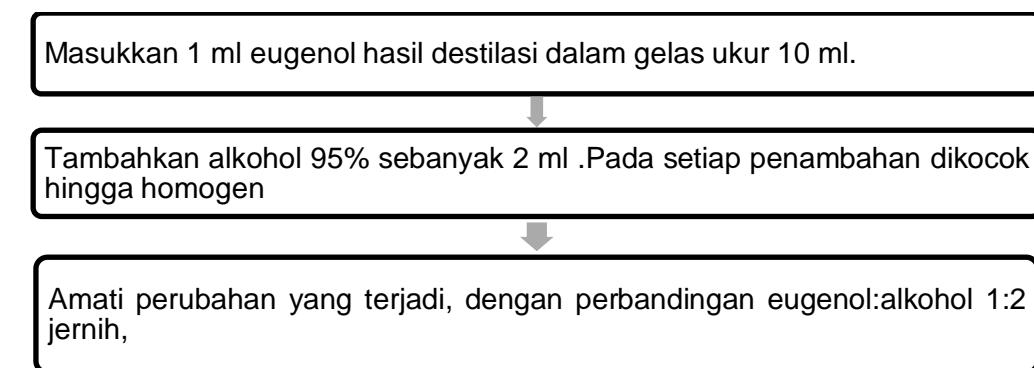
Adapun prosedur analisa produk berupa penentuan berat jenis pada eugenol dari minyak atsiri daun cengkeh yang dilakukan secara sistematis. Prosedur analisa yang dilakukan tersaji pada Gambar 8.



Gambar 8. Diagram Blok Prosedur Penentuan Berat Jenis

5.3.2.2 Penentuan Kelarutan dalam Alkohol

Prosedur analisa produk berupa penentuan kelarutan dalam alkohol pada eugenol dari minyak atsiri daun cengkeh yang dilakukan secara sistematis. Prosedur analisa yang dilakukan tersaji pada Gambar 9



Gambar 9. Diagram Blok Prosedur Penentuan Berat Jenis

5.3.2.3 Penentuan Bilangan Asam

Prosedur analisa produk berupa penentuan Bilangan Asam pada eugenol dari minyak atsiri daun cengkeh yang dilakukan secara sistematis. Prosedur analisa yang dilakukan tersaji pada Gambar 10

Masukkan 1 gr eugenol hasil destilasi dalam erlenmeyer 50 ml.

Tambahkan alkohol 95% 10 ml ke dalam erlenmeyer berisi eugenol. kemudian kocok hingga larut. Tambahan 3 tetes Indikator Phenolphthalein

Asam bebas dititrasi dengan larutan standart NaOH 0,1 N. Penambahan tetes alkali kira-kira 30 tetes per menit, isi labu harus digoyangkan selama titrasi berlangsung. Titik akhir titrasi ditandai dengan timbulnya warna merah muda dan tidak hilang

Bilangan Asam ditentukan dengan rumus :

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{56,1 \times (\text{Jumlah ml NaOH } 0,1 \text{ N yang dipakai})}{\text{Berat sampel (gram)}}$$

Gambar 10. Diagram Blok Analisa Bilangan Asam

5.3.2.4 Penentuan Kadar Eugenol

Prosedur analisa produk berupa penentuan kelarutan pada eugenol dari minyak atsiri daun cengkeh yang dilakukan secara sistematis. Prosedur analisa yang dilakukan tersaji pada Gambar 10

Masukkan 10 ml eugenol hasil destilasi dalam gelas ukur 100 ml..Tambahkan 90 ml NaOH 1 N

kocok selama 5 menit. Diamkan selama 1 Jam. Amati perubahan yang terjadi berupa terbentuk 2 lapisan

Kadar eugenol ditentukan dengan rumus :

$$\text{Kadar eugenol} = \frac{10 - \text{Volume lapisan atas}}{\text{Volume minyak cengkeh}} \times 100\%$$

Gambar 10. Diagram Blok Kadar Eugenol

5.4 Variabel Penelitian

5.4.1 Variabel Tetap

Volume eugenol = 100 ml setiap destilasi

Waktu destilasi = 30 menit

Suhu destilasi = 220 °C

5.4.2 Variabel berubah

Refluk = Refluk Penuh, Refluk $\frac{3}{4}$, Refluk $\frac{1}{2}$, Refluk $\frac{1}{4}$

5.5 Jadwal Praktikum Tugas Akhir

5.5.1 Waktu Pelaksanaan

Waktu praktikum dilaksanakan pada bulan Mei-Juni 2017
(pada semester VI)

5.5.2 Tempat Praktikum

Pelaksanaan tugas akhir akan dilaksanakan di Laboratorium Operasi Teknik Kimia Program Studi Teknik Kimia, Departemen Teknologi Industri, Sekolah Vokasi, Universitas Diponegoro Semarang.