

Batas senyawa polinuklir

Metil sulfoksida Gunakan metil sulfoksida yang mempunyai serapan tidak lebih dari 1,0 pada 264 nm dan tidak ada puncak lain sampai pada daerah 350 nm, menggunakan air sebagai pembanding.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *naftalena P*, larutkan dalam *isooktana P* hingga kadar 7,0 µg per mL. Ukur serapan pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 275 nm, menggunakan *isooktana P* sebagai blanko.

Prosedur Masukkan 25,0 mL minyak mineral dan 25,0 mL *n-heksana P* ke dalam corong pisah 125 mL, campur [Catatan *Gunakan n-heksana yang telah dibilas dengan mengocok dua kali dengan metil sulfoksida P*, tiap kali dengan seperlima volume metil sulfoksida. Tidak boleh menggunakan pelincir selain air pada kran, atau gunakan corong pisah dengan kran polimer yang sesuai.] tambahkan 5,0 mL metil sulfoksida *P* dan kocok kuat selama 1 menit. Diamkan hingga lapisan bawah jernih, dan pindahkan lapisan bawah ke dalam corong pisah 125 mL lain, tambahkan 2 mL *n-heksana P* dan kocok kuat. Pisahkan lapisan bawah dan ukur serapan dalam rentang panjang gelombang 260 nm sampai 350 nm, menggunakan blanko *metilsulfoksida P* yang sebelumnya telah dikocok kuat selama 1 menit dengan *n-heksana P* dengan perbandingan 5 mL metil sulfoksida *P* dan 25 mL *n-heksana P*. Serapan pada rentang panjang gelombang tersebut tidak lebih besar dari sepertiga dari serapan *Larutan baku* pada 275 nm.

Parafin padat Keringkan minyak mineral pada suhu 105° selama 2 jam dalam gelas piala, dinginkan hingga suhu ruang di atas silika gel dalam desikator. Masukkan ke dalam botol contoh minyak berbentuk silinder tinggi dari kaca tidak berwarna dengan volume lebih kurang 120 mL. Tutup botol, dan celupkan dalam campuran es dan air selama 4 jam, minyak cukup jernih, hingga garis hitam selebar 0,5 mm pada latar belakang putih, yang diletakkan vertikal dibelakang botol akan terlihat jelas.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

MINYAK PERMEN Peppermint Oil

Minyak Permen adalah minyak atsiri yang diperoleh dengan destilasi uap dari bagian di atas tanah tanaman berbunga *Mentha piperita* Linné (Familia *Labiatae*) yang segar, dimurnikan dengan cara destilasi dan tidak didementolisasi sebagian ataupun keseluruhan. Mengandung tidak kurang dari 5,0% ester dihitung sebagai metil asetat ($C_2H_5O_2$), dan tidak kurang dari 50,0% mentol total ($C_{10}H_{20}O$) sebagai mentol bebas dan sebagai ester.

Pemerian Cairan tidak berwarna atau kuning pucat, bau khas kuat menusuk; rasa pedas diikuti rasa dingin jika udara dihirup melalui mulut.

Kelarutan dalam etanol 70% Satu bagian volume dilarutkan dalam 3 bagian volume etanol 70%; tidak terjadi opalesensi.

Identifikasi Dalam tabung reaksi kering, campur 6 tetes dengan 5 mL larutan *asam nitrat P* (1 dalam 300) dalam *asam asetat glasial P*, masukkan tabung ke dalam gelas piala berisi air mendidih: dalam waktu 5 menit cairan berwarna biru, yang pada pemanasan lebih lanjut berwarna lebih tua dan menunjukkan fluoresensi warna tembaga yang akan memudar dan meninggalkan cairan berwarna kuning keemasan.

Bobot jenis <981> Antara 0,896 dan 0,908.

Rotasi optik <1081> Antara -18° dan -32° dalam tabung 100 mm.

Indeks bias <1001> Antara 1,495 dan 1,465; lakukan penetapan pada suhu 20°.

Logam berat <371> *Metode III* Tidak lebih dari 40 bpt.

Dimetil sulfida Destilasi sejumlah 25 mL hingga diperoleh lebih kurang 1 mL destilat, tampung hati-hati destilat pada permukaan 5 mL *raksa(II) klorida LP* dalam tabung reaksi: tidak terbentuk lapisan warna putih pada daerah kontak dalam 1 menit.

Penetapan kadaster total Timbang saksama lebih kurang 10 g, masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL, tambahkan 10 mL *etanol netral P* yang tidak dinetralkan dan 2 tetes *fenolfalein LP*, kemudian tambahkan tetes demi tetes *natrium hidroksida 0,1 N* hingga timbul warna merah muda lemah. Tambahkan 25,0 mL *kalsium hidroksida etanol 0,5 N LV*, refluks di atas tangas air mendidih selama 1 jam. Biarkan dingin, tambahkan 20 mL air dan *fenolfalein LP*, titrasi kelebihan basa dengan *asam hidroklorida 0,5 N LV*. Lakukan penetapan blanko, dengan mengabaikan *natrium hidroksida 0,1 N* seperti tertera pada *Titirasi residual dalam Titrimetri* <711>.

Tiap mL *kalsium hidroksida etanol 0,5 N*
setara dengan 99,15 mg ester total
dihitung sebagai metil asetat ($C_2H_5O_2$)

Penetapan kadar mentol total Pipet 10 mL ke dalam labu asetilasi 100 mL, tambahkan 10 mL *anhidrida asetat P* dan 1 g *natrium asetat anhidrida P*. Dididihkan campuran perlahan-lahan selama tepat 1 jam, dinginkan, lepaskan kondensor, pindahkan campuran ke corong pisah kecil, bilas labu asetilasi tiga kali, tiap kali dengan 5 mL air hangat, masukkan air bilasan ke

dalam corong pisah. Bila cairan sudah terpisah sempurna, buang fase air, cuci minyak yang tertinggal beberapa kali dengan *natrium karbonat LP* yang diencerkan dengan air sama banyak, hingga cucian terakhir bereaksi basa terhadap *fenolfalein LP*. Keringkan minyak dengan *natrium sulfat anhidrat P* dan saring. Pipet 5 mL minyak yang sudah terasitilasi ke dalam labu Erlenmeyer 100 mL yang telah ditara, dan timbang. Tambahkan 50,0 mL *kaliun hidroksida etanol 0,5 N LV*, refluks di atas uap selama tepat 1 jam. Biarkan campuran dingin, tambahkan 10 tetes *fenolfalein LP*, titrasi kelebihan basa dengan *asam hidroklorida 0,5 N LV*. Lakukan penetapan blanko seperti tertera pada *Titirasi residual dalam Titrimetri <711>*. Hitung persentase mentol total dengan rumus:

$$7,813A \left(\frac{1 - 0,0021E}{B - 0,021A} \right)$$

A adalah hasil yang diperoleh dari pengurangan mL *asam hidroklorida 0,5 N* yang diperlukan pada titrasi di atas dari mL *asam hidroklorida 0,5 N* yang diperlukan pada titrasi blanko; *E* adalah persentase ester dihitung sebagai mentil asetat ($C_{12}H_{22}O_2$); *B* adalah bobot minyak terasitilasi yang digunakan.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat dan hindarkan dari panas berlebihan.

MINYAK ZAITUN Olive Oil

Minyak Zaitun adalah minyak lemak yang diperoleh dari buah masak *Olea europaea* Linné (Familia *Oleaceae*).

Pemerian Minyak berwarna kuning pucat atau kuning kehijauan terang; bau dan rasa khas lemah dengan rasa ikutan agak pedas.

Kelarutan Sukar larut dalam etanol; bercampur dengan eter, dengan kloroform dan dengan karbon disulfida.

Bobot jenis <981> Antara 0,910 dan 0,915.

Logam Berat <371> Metode III Tidak lebih dari 10 bpj.

Minyak biji kapas Ke dalam tabung reaksi masukkan 5 mL, tambahkan 5 mL campuran volume yang sama *amil alkohol P* dan larutan *belerang P* dalam *karbon disulfida P* (1 dalam 100) hangatkan campuran hati-hati untuk menghilangkan karbon disulfida, celupkan tabung reaksi hingga sepertiga bagian tabung masukkan ke dalam larutan jenuh natrium klorida mendidih selama 2 jam: tidak boleh terjadi warna kemerahan.

Minyak kacang Sabunkan 10 g dengan merefluks selama 1 jam dengan 80 mL *kaliun etanol LP*. Tambahkan *fenolfalein LP*, netralkan dengan *asamasetat 1 N* dan cuci larutan ke dalam labu Erlenmeyer yang berisi 120 mL *timbal asetat LP* mendidih. Dididihkan campuran selama 1 menit, dinginkan dengan mencelupkan labu ke dalam air dingin, sering-sering putar isi labu untuk melepaskan endapan yang menempel pada dinding labu. Dekantasi cairan, cuci endapan dengan air dingin untuk menghilangkan kelebihan timbal asetat kemudian cuci dengan *etanol P 90%*. Tambahkan 100 mL *eter P*, tutup labu, diamkan hingga endapan terpisah. Refluks selama 5 menit, dinginkan hingga lebih kurang 15° dan diamkan semalam. Saring, dan cuci endapan dengan *eter P*. Pindahkan endapan ke dalam corong pisah 500 mL dengan semprotan *eter P*, kemudian menjelang akhir, semprot dengan *asam hidroklorida 3 N*, jika ada endapan yang menempel pada kertas saring. Tambahkan *asam hidroklorida 3 N* secukupnya hingga total lapisan asam lebih kurang 100 mL dan tambahkan *eter P* secukupnya hingga lapisan eter 100 mL. Kocok campuran kuat-kuat selama beberapa menit, biarkan lapisan terpisah, buang lapisan asam dan cuci lapisan eter satu kali dengan 50 mL *asam hidroklorida 3 N* dan terakhir dengan air beberapa kali sampai air cucian terakhir tidak bereaksi asam terhadap *jingga metil LP*. Pindahkan larutan eter ke dalam labu kering, uapkan eter, tambahkan sedikit *etanol mutlak P*, uapkan di atas tangas uap sampai kering. Larutkan residu dari asam lemak kering dengan menghangatkan dengan 60 mL *etanol P 90%*, dinginkan perlahan-lahan hingga 15° sambil sering-sering dikocok, diamkan pada suhu 15° selama 30 menit: tidak terbentuk hablur yang memisah dari larutan.

Minyak wijen Campurkan 10 mL dengan 10 mL *asam hidroklorida P*, tambahkan 0,1 mL larutan *furfural P* dalam *etanol P* (1 dalam 50) kocok kuat-kuat selama 15 detik: tidak terjadi warna merah muda hingga merah tua pada lapisan asam bila emulsi pecah. Jika terjadi warna pada lapisan asam, tambahkan 10 mL air dan kocok lagi kuat-kuat: jika tidak ada minyak wijen warna merah muda akan melemah.

Minyak biji teh ke dalam tabung reaksi kering 18 mm x 150 mm masukkan berturut-turut 0,8 mL *anhidrida asetat P*, 1,5 mL *kloroform P* dan 0,2 mL *asam sulfat P*, campur dan dinginkan dalam tangas air hingga suhu 25°. Tambahkan lebih kurang 200 mg minyak zaitun (lebih kurang 7 tetes), campurkan dan dinginkan hingga suhu 25°. Bila larutan berkabut tambahkan *anhidrida asetat P*, tetes demi tetes, kocok pada setiap penambahan sampai larutan tiba-tiba jernih. Biarkan campuran dalam tangas air selama 5 menit: terjadi warna hijau baik oleh sinar yang dipantulkan maupun sinar yang ditransmisikan. Tambahkan 10 mL *eter mutlak P* dan campur dengan membalikkan tabung: warna hijau semula menghilang dan berubah menjadi