

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Riset Minyak Atsiri Program Studi Kimia, FPMIPA UPI. Sedangkan karakterisasi menggunakan instrumen GC dan GC-MS dilakukan di Laboratorium Instrumen FPMIPA UPI. Waktu pelaksanaan penelitian dimulai pada bulan Maret sampai Juli 2023.

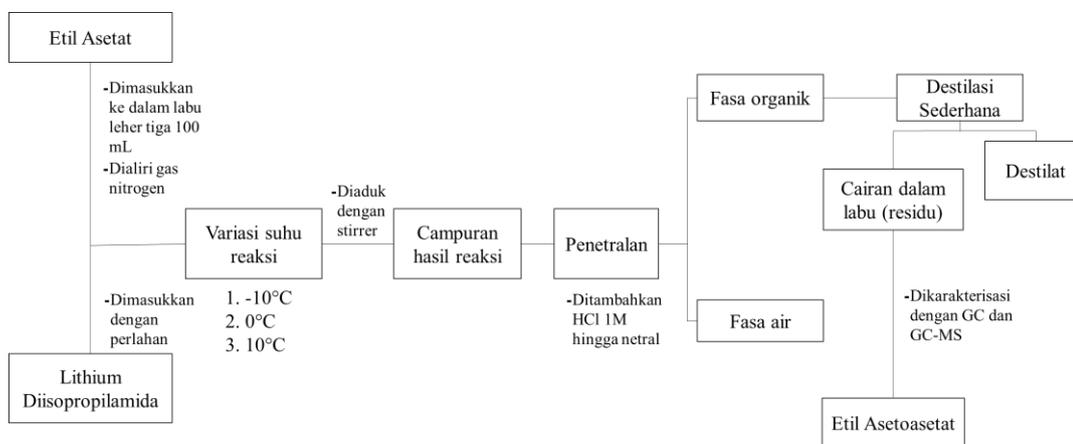
#### 3.2 Alat dan Bahan

Proses sintesis etil asetoasetat menggunakan bahan-bahan yang meliputi etil asetat, lithium diisopropilamida 2M, HCl 1M, dan gas nitrogen.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *hotplate*, *magnetic stirrer*, set alat destilasi, peralatan gelas, termometer, *syringe*, *Gas Chromatography (GC)* Shimadzu QP 2010 (detector FID, kolom DB-5, panjang 30 m dan diameter 0,25 mm), *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy (GC-MS)* Shimadzu QP 2010 Ultra (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 m dan diameter 0,25 mm)

#### 3.3 Alur Prosedur Penelitian

Penelitian terdiri dari empat proses utama yaitu proses sintesis etil asetoasetat, penetralan, dan destilasi. Alur prosedur penelitian ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



**Gambar 3.1** Bagan alir penelitian sintesis etil asetoasetat dengan menggunakan basa lithium diisopropilamida.

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Sintesis Senyawa Etil Asetoasetat dengan basa lithium diisopropilamida**

Etil asetat dan lithium diisopropilamida (LDA) direaksikan ke dalam labu dasar bulat berleher tiga yang telah dilengkapi dengan termometer dan balon berisi gas nitrogen yang telah ditusukkan kedalam labu dasar bulat . Campuran diaduk di atas penangas minyak atau air es pada dua kondisi yakni LDA 3 mL (0,006 mol) selama 5 jam dan LDA 6 mL (0,012 mol) selama 10 jam dengan suhu reaksi  $-10^{\circ}\text{C}$ ,  $0^{\circ}\text{C}$ , dan  $10^{\circ}\text{C}$  sampai benar-benar larut. Setelah selesai, campuran dinetralkan dengan ditambahkan HCl 1M lalu dipisahkan fasa organik yang kemudian didestilasi sederhana.

#### **3.4.2 Karakterisasi Etil Asetoasetat**

Etil asetoasetat yang sudah berhasil disintesis kemudian dianalisis menggunakan instrumen GC dan GC-MS. Analisis kuantitatif akan dilakukan dengan instrumen GC dengan menghitung %yield yang dihasilkan, sedangkan analisis kualitatif akan dilakukan dengan bantuan GC-MS untuk mengetahui struktur molekul senyawa yang didapatkan.

Kondisi analisis GC: suhu injektor  $250^{\circ}\text{C}$ , suhu detektor  $270^{\circ}\text{C}$ , suhu kolom awal  $50^{\circ}\text{C}$ , lalu dinaikan suhunya secara berkala  $2^{\circ}\text{C}$  per menit sampai suhu mencapai  $70^{\circ}\text{C}$ . Lalu suhu naik  $8^{\circ}\text{C}$  per menit sampai suhu mencapai  $250^{\circ}\text{C}$  dan ditahan selama 10 menit.

Kondisi analisis GC-MS: suhu injektor  $280^{\circ}\text{C}$  dengan menggunakan injeksi mode split, suhu detektor  $300^{\circ}\text{C}$ , suhu kolom awal  $70^{\circ}\text{C}$ , lalu dinaikan suhunya secara berkala  $8^{\circ}\text{C}$  per menit sampai suhu mencapai  $270^{\circ}\text{C}$ .