

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1. Waktu Dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Maret – Agustus 2023 di Laboratorium Minyak Atsiri Gedung Fakultas Pengetahuan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia.

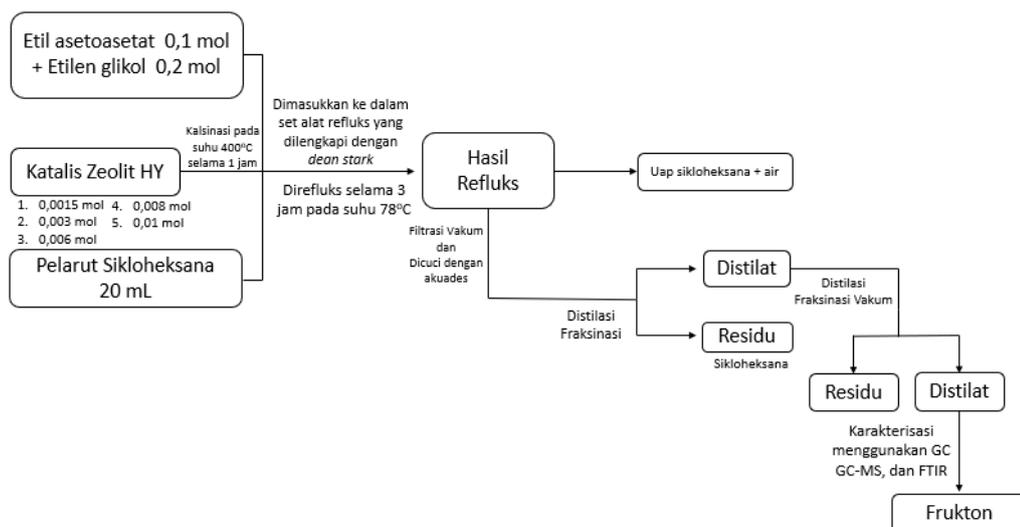
### 3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi set alat refluks yang dilengkapi dengan *Dean Stark*, statif, klem, set alat distilasi fraksinasi dan vakum, peralatan gelas, neraca analitik, termometer, hot plate, magnetic stirrer, corong buchner, ember, pompa air, selang, dan pompa vakum. Pada tahap analisis hasil digunakan alat-alat instrumen seperti Kromatografi Gas (GC) Shimadzu QP 2010 (detektor FID, kolom DB5 panjang 30 m dan diameter 0,25 mm), Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (GC-MS) Shimadzu QP 2010 SE (detektor kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter, diameter 0,25 mm, dan gas Helium sebagai gas pembawa)

Bahan-bahan yang diperlukan pada penelitian ini diantaranya adalah etil asetoasetat, etilen glikol, sikloheksana, zeolit HY, akuades, kertas saring, dan karet.

### 3.3. Alur Prosedur Penelitian

Teknis percobaan dapat dilihat pada alur prosedur penelitian yang ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



**Gambar 3.1.** Alur Prosedur Penelitian

Galih Wicaksono, 2023

**PENGARUH KATALIS ZEOLIT HY TERHADAP KONVERSI ETIL ASETOASETAT PADA SINTESIS FRUKTON**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### 3.4. Prosedur Percobaan

#### 3.4.1. Sintesis Fruktion

Berdasarkan Kadarohman *et al* (2022), etil asetoasetat sebanyak 12,75 mL (0,1 mol), etilen glikol 11,18 mL (0,2 mol), katalis sebanyak 0,006 mol dan pelarut sikloheksana sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang dilengkapi dengan set alat *Dean-Stark* kemudian direfluks dengan suhu 78°C selama 3 jam.

Proses sintesis frukton dilakukan pada variasi waktu reaksi dan variasi suhu kalsinasi zeolit HY untuk menentukan kondisi optimum reaksi yang menghasilkan produk frukton terbanyak.

Sintesis frukton dilakukan pada variasi jumlah katalis zeolit HY. Variasi jumlah zeolit HY yang digunakan yaitu 0,25 gram (0,0015 mol), 0,50 gram (0,003 mol), 0,98 gram (0,006 mol), 1,30 gram (0,008 mol), 1,62 gram (0,01 mol).

Sampel hasil refluks disaring menggunakan set alat filtrasi vakum. Lalu dilakukan pencucian hasil filtrasi dengan menambahkan akuades sebanyak 10 mL dan diambil fase organik (bagian atas). Fase organik dimasukkan ke dalam labu distilasi untuk dilakukan pemisahan lebih lanjut pada proses distilasi fraksinasi dan vakum.

#### 3.4.2. Analisis Hasil

Frukton yang berhasil disintesis kemudian dianalisis menggunakan instrumen GC dan GC-MS. Analisis kuantitatif dilakukan dengan instrumen GC untuk menghitung perolehan yield yang dihasilkan, sedangkan analisis kualitatif dilakukan dengan instrumen GC-MS untuk mengetahui struktur molekul senyawa yang didapatkan.

Analisis kualitatif dilakukan dengan menggunakan alat GC-MS (kromatografi gas spektrometri massa) Shimadzu QP 2010 SE MS (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter dan diameter 0,25 mm) dengan helium sebagai gas pembawa. Kondisi analisis menggunakan suhu injektor 280°C, suhu detektor 300°C, suhu kolom awal 100°C diikuti dengan peningkatan suhu 8°C/menit hingga suhu 280°C dan ditahan selama 8 menit. Analisis kuantitatif dianalisis menggunakan alat GC Shimadzu QP 2010 dengan detektor FID dan kolom kapiler 30 m x 0,25 mm x 0,3

Galih Wicaksono, 2023

**PENGARUH KATALIS ZEOLIT HY TERHADAP KONVERSI ETIL ASETOASETAT PADA SINTESIS FRUKTON**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

m DB5 yang diprogram dengan suhu. Analisis GC pada suhu injektor 270°C, suhu detektor 300°C, suhu kolom awal 60°C, dinaikkan suhunya dengan kecepatan 10°C/menit hingga suhu akhir 280°C (22 menit).