

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Pelaksanaan

Penelitian dilaksanakan pada bulan maret di Laboratorim Riset Kimia Hayati dan Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) Departemen Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (FPMIPA UPI)

3.2 Alat dan Bahan

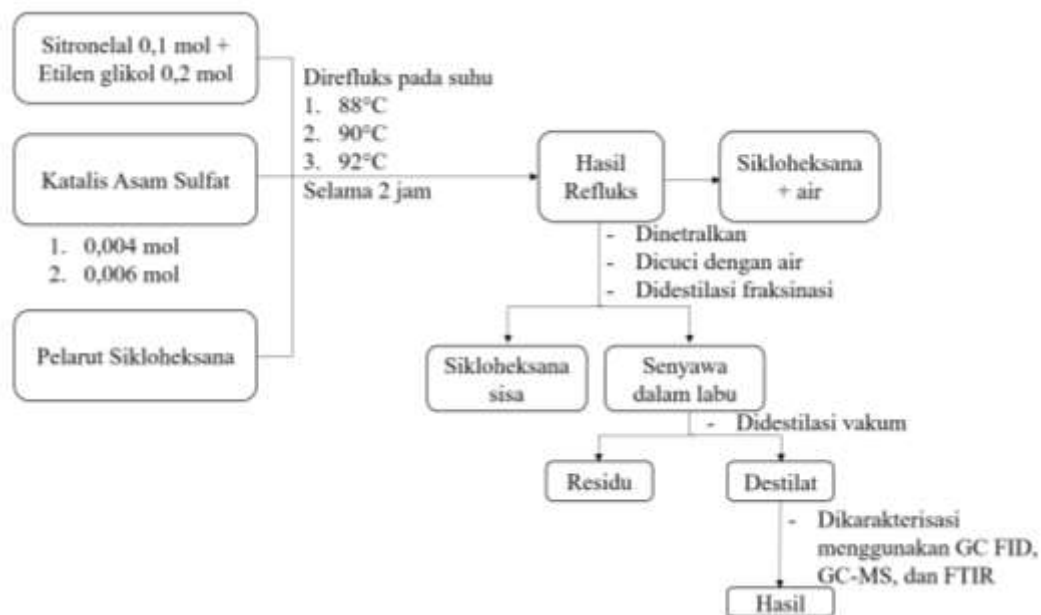
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi pipet tetes, pipet ukur, karet penghisap, *set alat* refluks yang dilengkapi dengan Dean Stark, termometer, penangas minyak, batang pengaduk, spatula, corong pisah, labu erlenmeyer, labu ukur, botol vial, *set alat* distilasi sederhana dan fraksinasi, ember, pompa air, selang, dan pompa vakum. Pada tahap analisis hasil digunakan alat instrumen *Gas Chromatography* (GC) Shimadzu QP 2010 (Detektor FID, kolom DB5, panjang 30 m, dan diameter 0,25 mm) dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) Shimadzu QP 2010 SE (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter, dan diameter 0,25 mm).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sitronelal murni, etilen glikol, asam sulfat 95-97%, sikloheksana, natrium hidroksida (NaOH), Na₂SO₄ anhidrat, aquades, isolasi paralon, indikator universal, karet gelang, dan vaselin.

3.3 Desain Penelitian



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

3.4 Prosedur Percobaan

3.4.1 Reaksi sitronelal dengan etilen glikol

Sitronelal 0,1 mol, etilen glikol 0,2 mol, katalis H_2SO_4 0,006 mol, dan pelarut sikloheksana dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang lengkapi *set alat* dean-stark, lalu direfluks dengan teknik azeotrop pada suhu 86°C selama 2 jam. Sintesis sitronelal dioksolana dilakukan kembali untuk menentukan kondisi reaksi dengan produk sitronelal dioksolana terbanyak. Penentuan kondisi optimum dilakukan dengan optimasi suhu reaksi, jumlah sikloheksana, jumlah katalis, dan waktu reaksi.

Variasi suhu dilakukan pada 86°C , 88°C , 90°C . Variasi katalis dilakukan dengan jumlah 0,004 dan 0,006 mol. Variasi jumlah sikloheksana yang digunakan yaitu 20 mL dan 30 mL. Kemudian variasi waktu reaksi dilakukan selama 1 jam, 2 jam, dan 4 jam.

Campuran hasil refluks didinginkan dan dinetralkan dengan menggunakan NaOH 10% secara bertahap sampai pH 8 (antara netral dan basa), deteksi pH dilakukan dengan indikator universal. Lalu dicuci dengan aquades 3 kali 5 mL sehingga membentuk dua lapisan. Fasa organik pada lapisan atas corong pisah, dipisahkan dan dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat. Campuran hasil refluks

langsung didistilasi fraksinasi untuk memisahkan sisa sikloheksana. Setelah itu, senyawa dalam labu yang sudah dipisahkan dari sikloheksan didistilasi sederhana menggunakan vakum untuk mendapatkan senyawa yang lebih murni.

(Kadarohman *et al*, 2022)

3.4.2 Analisis hasil dengan instrumen

Produk hasil dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas (GC). Kromatogram GC dapat diamati untuk melihat kemungkinan banyaknya senyawa yang terkandung dalam sampel. Kondisi analisis GC: suhu injektor 250°C, suhu detektor 270°C, suhu kolom awal 50°C, langsung dinaikkan suhunya 2°C per menit sampai suhu 70°C. Kemudian dinaikkan suhunya 8°C per menit sampai 250°C.

Analisis GC-MS dilakukan untuk menentukan jumlah senyawa secara kuantitatif dan menganalisis senyawa yang dihasilkan pada sintesis. Kondisi analisis GC-MS: suhu injektor 280°C dengan menggunakan injeksi mode split, suhu detektor 300°C, suhu kolom awal 70°C, langsung dinaikkan suhunya secara bertahap 8°C per menit sampai 270°C.