

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan Juni 2021 di Laboratorium Kimia Organik dan Biokimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (UPI).

3.2 Alat dan Bahan

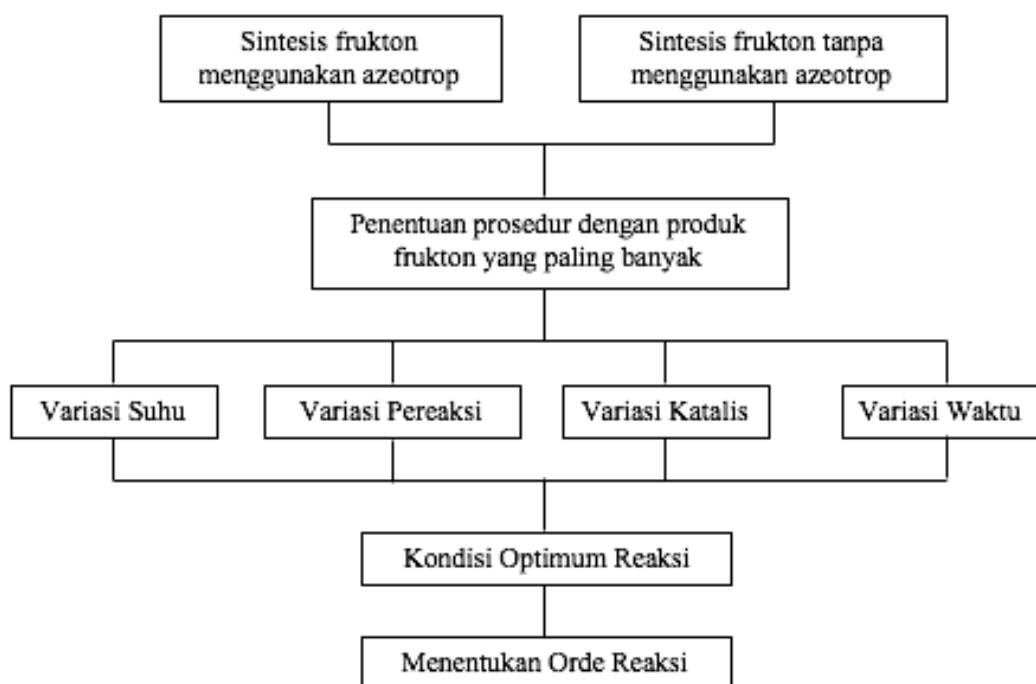
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi corong pisah, alat-alat gelas, corong kaca, labu erlenmeyer, spatula, batang pengaduk, *rotary evaporator*, pipet tetes, botol vial, pipet ukur 10 mL, *micro* pipet (100-1000 μ l & 0,5-10 μ l), set alat refluks yang terdiri dari labu dasar bulat leher tiga, kondensor bola, selang, statif, klem, *hotplate*, dan dilengkapi dengan *dean stark*. Pada tahap analisis hasil digunakan instrumen *Gas Chromatography* (GC), instrumen *Gas Chromatography-Mass Spectometry* (GC-MS).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu etil asetoasetat, etilen glikol, H₂SO₄ 95-97%, sikloheksan, NaOH, NaCl, Na₂SO₄ anhidrat, aquades, indikator universal, kertas saring, karet dan vaselin.

3.3 Alur Penelitian



Gambar 3. 1 Alur Penelitian Sintesis Fruktan

3.4 Tahapan Penelitian

3.4.1 Reaksi Asetalisasi

Etil asetoasetat sebanyak 12,75 mL (0,1 mol), etilen glikol, katalis H_2SO_4 , dan pelarut sikloheksan (20 mL) direfluks dengan melakukan variasi suhu, jumlah pereaksi, katalis, dan waktu reaksi untuk mengetahui kondisi optimum. Variasi suhu dilakukan pada suhu 74°C , 78°C dan 82°C . Variasi jumlah pereaksi yang dilakukan yaitu dengan memvariasikan jumlah etilen glikol yang digunakan, yaitu dengan perbandingan 1:1,5; 1:2; dan 1:3. Kondisi optimum dari jumlah pereaksi digunakan untuk melakukan variasi terhadap jumlah katalis. Variasi jumlah katalis yang dilakukan yaitu katalis H_2SO_4 sebanyak 0,002 mol; 0,004 mol; 0,006 mol; 0,008 mol; dan 0,01 mol. Kondisi optimum dari jumlah pereaksi dan katalis digunakan untuk melakukan variasi waktu. Variasi waktu reaksi dilakukan pada waktu 0,5 jam; 1 jam; 1,5 jam; 2 jam; 2,5 jam; 3 jam; 3,5 jam; dan 4 jam. Untuk katalis homogen dilakukan pemisahan dengan menambahkan larutan NaOH 10% lalu ditambahkan larutan NaCl 10% dan diambil fasa organik (bagian atas). Fasa organik kemudian

dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat kemudian dievaporasi menggunakan *rotary evaporator*.

Dilakukan pula sintesis frukton tanpa menggunakan pelarut sikloheksan dalam proses refluks dengan menggunakan prosedur yang sama untuk menentukan pengaruh pembentukan azeotrope. Pada metode ini sikloheksan digunakan setelah proses refluks sebagai ekstraksi pelarut.

3.4.2 Analisis Hasil

Analisis kualitatif dilakukan pada GC-MS menggunakan alat GC-MS Shimadzu QP 2010 SE (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter dan diameter 0,25 mm) dengan helium sebagai gas pembawa. Analisis GC-MS pada kondisi suhu injektor 250°C , suhu detektor 260°C , suhu kolom awal 60°C , dinaikkan suhunya $8^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan ditahan selama 2 menit. Sedangkan analisis kuantitatif dianalisis menggunakan alat Shimadzu GC dengan detektor FID dan kolom kapiler 30 m x 0,25 mm x 0,3 m DB5 yang diprogram dengan suhu. Analisis GC pada kondisi suhu injektor 260°C , suhu detektor 300°C , suhu kolom awal 60°C , dinaikkan suhunya dengan kecepatan $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ hingga suhu akhir 280°C .