

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

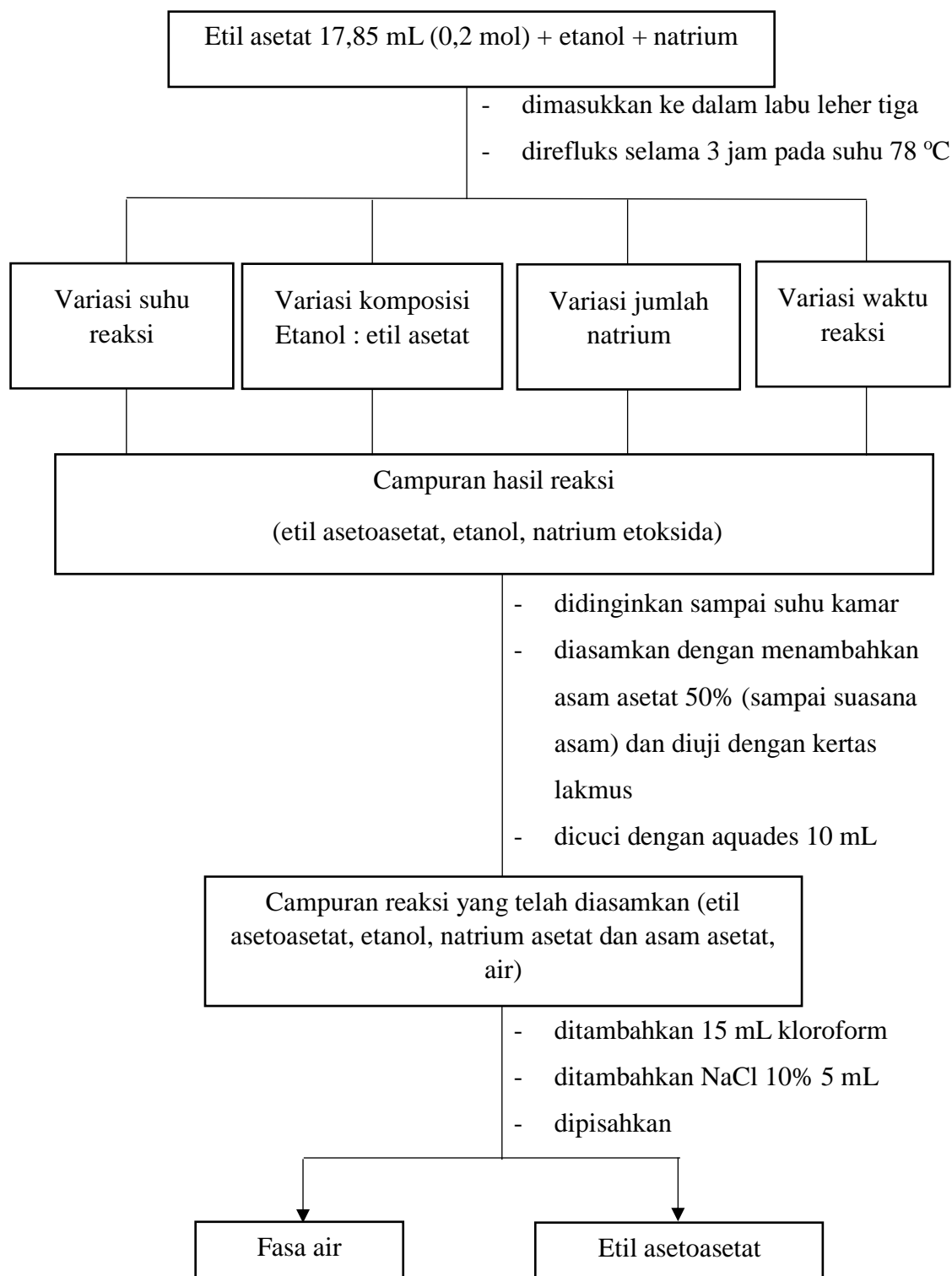
Alat-alat yang diperlukan pada penelitian ini meliputi set alat refluks, neraca analitik, termometer, corong pisah, *micro* pipet (100-1000 μ l), penangas minyak, peralatan gelas (*pyrex*), *magnetic stirrer*, *hotplate*, *Gas Chromatography* (GC) Shimadzu QP 2010 (detektor FID, kolom DB5, panjang 30 m dan diameter 0,25 mm), *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) Shimadzu QP 2010 SE (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter, dan diameter 0,25 mm).

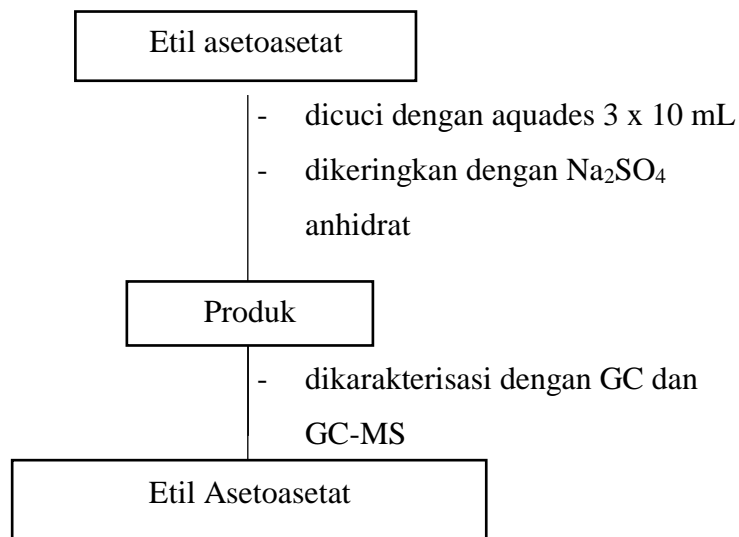
3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya etil asetat p.a, natrium, etanol p.a, Na₂SO₄ anhidrat, asam asetat 50%, NaCl, kloroform, pH universal dan aquades.

3.3. Bagan Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu tahap pertama adalah sintesis etil asetoasetat menggunakan metode refluks dan tahap kedua adalah analisis hasil sintesis etil asetoasetat dengan menggunakan instrumen GC dan GC-MS.





Gambar 3. 1 Bagan alir pembentukan senyawa etil asetoasetat dari etil asetat dengan natrium

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan larutan asam asetat 50%

Sebanyak 24,85 mL asam asetat ditambahkan ke dalam labu takar 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquades sebanyak 25,15 mL.

3.4.2 Pembentukan senyawa etil asetoasetat dengan katalis natrium etoksida

Etil asetat, etanol dan natrium ditambahkan ke dalam labu dasar bulat yang dilengkapi kondensor. Etil asetat yang ditambahkan sebanyak 17,85 mL (0,2 mol). Campuran etil asetat, etanol dan natrium direfluks di atas penangas minyak pada suhu 78 °C sampai natrium benar-benar larut. Campuran reaksi kemudian didinginkan sampai suhu kamar dan diasamkan dengan 10 mL asam asetat 50% dan diuji dengan pH universal. Campuran kemudian diekstrak dengan menggunakan kloroform sebanyak 15 mL dan dijenuhkan dengan larutan NaCl jenuh sehingga membentuk dua lapisan. Campuran yang telah diekstrak dipisahkan dengan menggunakan corong pisah dan membentuk dua lapisan. Lapisan atas merupakan residu dan lapisan bawah adalah etil asetoasetat yang kemudian dicuci sebanyak 3 kali menggunakan aquades dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat. Larutan yang telah dikeringkan kemudian dianalisis dengan GC dan GC-MS.

3.4.3 Variabel Suhu Reaksi

Sebanyak 17,85 mL etil asetat ditambah dengan natrium dan etanol dalam labu dasar bulat 100 mL. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 78 °C, 80 °C dan 82 °C. Hasil refluks kemudian diasamkan dengan asam asetat 50%, diekstrak dengan kloroform dan dijenuhkan dengan NaCl jenuh. Hasil ekstraksi kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat. Larutan yang telah dikeringkan kemudian disimpan dalam botol vial.

3.4.4 Variabel Komposisi Pereaksi Etanol : Etil asetat

Sebanyak 17,85 mL (0,2 mol) etil asetat ditambah dengan natrium dan etanol dengan variabel 2,915 mL (0,05 mol), 5,830 mL (0,1 mol), dan 8,745 mL (0,15 mol) dalam labu dasar bulat 100 mL. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 82 °C. Hasil refluks kemudian diasamkan dengan asam asetat 50%, diekstrak dengan kloroform dan dijenuhkan dengan NaCl jenuh. Hasil ekstraksi kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat. Larutan yang telah dikeringkan kemudian disimpan dalam botol vial.

3.4.5 Variabel Jumlah Natrium

Sebanyak 17,85 mL etil asetat ditambah etanol dan natrium dengan variabel 1,15 gram (0,05 mol), 2,3 gram (0,1 mol) dan 3,4 gram (0,15 mol) dalam labu dasar bulat 100 mL. Campuran direfluks selama 3 jam pada suhu 82 °C. Hasil refluks kemudian diasamkan dengan asam asetat 50%, diekstrak dengan kloroform dan dijenuhkan dengan NaCl jenuh. Hasil ekstraksi kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat. Larutan yang telah dikeringkan kemudian disimpan dalam botol vial.

3.4.6 Variabel Waktu Reaksi

Sebanyak 17,85 mL etil asetat ditambah dengan natrium dan etanol dalam labu dasar bulat 100 mL. Campuran direfluks dengan variabel waktu refluks 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5, dan 4 jam pada suhu 82 °C. Hasil refluks kemudian diasamkan dengan asam asetat 50%, diekstrak dengan kloroform dan dijenuhkan dengan NaCl jenuh. Hasil ekstraksi kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrat. Larutan yang telah dikeringkan kemudian disimpan dalam botol vial.

3.4.7 Karakterisasi Etil Asetoasetat

Hasil sintesis etil asetoasetat melalui reaksi kondensasi Claisen dengan membaca kromatogram yang dihasilkan dari analisis menggunakan kromatografi gas (GC). Kromatogram GC dapat diamati untuk melihat kemungkinan banyaknya senyawa yang terkandung dalam sampel. Kondisi analisis GC: suhu injector 260 °C, suhu detector 300 °C suhu kolom awal 60 °C, langsung dinaikkan suhunya 10 °C per menit sampai suhu 280 °C.

GC-MS merupakan metode pemisahan senyawa organik yang menggunakan dua metode analisis senyawa yaitu kromatografi gas (GC) untuk menganalisis jumlah senyawa secara kuantitatif dan spektrometri massa (MS) untuk menganalisis struktur molekul senyawa analit. Kondisi analisis GC-MS: suhu injektor 250 °C, suhu detector 260 °C, suhu kolom awal 60 °C, langsung dinaikkan suhunya 8 °C per menit sampai suhu 260 °C, dan ditahan selama 2 menit.