

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April-Juli 2021 di Laboratorium Kimia Organik dan Bahan Alam Departemen Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (FPMIPA UPI).

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

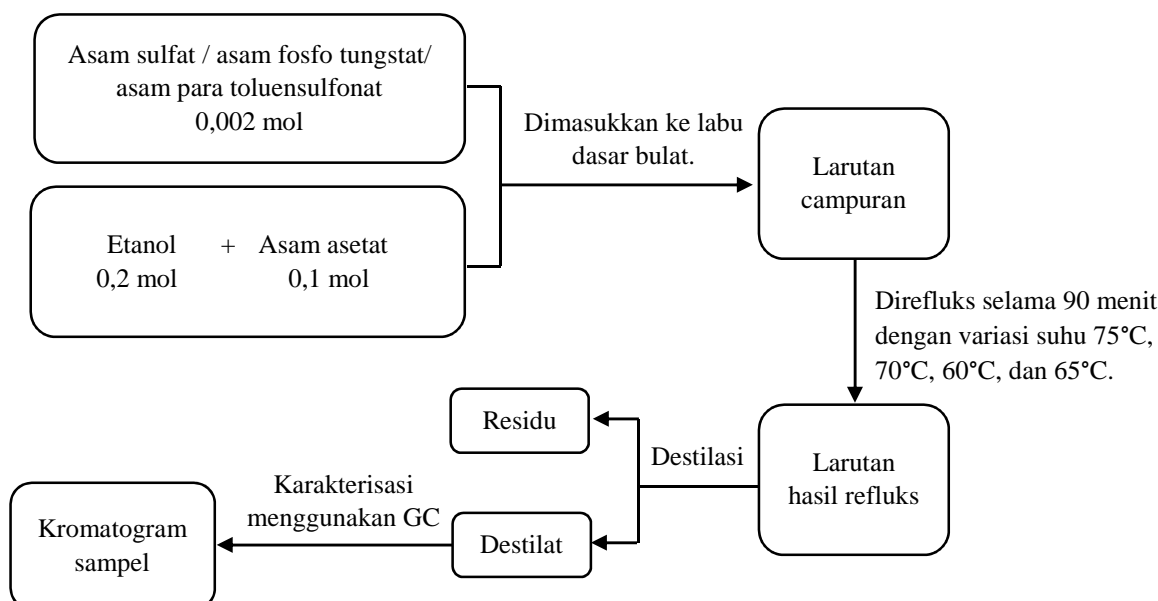
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi seperangkat alat distilasi sederhana, alat refluks semi mikro, spatula, kaca arloji, corong kaca, pipet tetes, *hot plate*, penangas minyak dan neraca sampelik. Pada tahap karakterisasi, instrumen yang digunakan adalah GC dan GC-MS.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari asam asetat glasial, etanol 96%, asam sulfat, asam fosfo tungstat, dan vaselin untuk vakum semua bahan yang digunakan adalah bahan *p.a.*

3.3 Prosedur Penelitian

Skema prosedur yang dilakukan dalam penelitian disajikan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Proses Pembuatan Etil Asetat

3.3.1 Sintesis Etil Asetat

Tahap awal prosedur penelitian yang ditunjukkan dalam Gambar 3.1 yaitu melakukan sintesis etil asetat melalui refluks pereaksi asam asetat 0,1 mol dengan 0,2 mol etanol. Refluks reaktan dilakukan dalam beberapa kali dengan menggunakan variasi katalis dan variasi suhu. Katalis yang digunakan yaitu asam sulfat 0,002 mol dan asam fosfotungstat 0,002 mol. Sedangkan variasi suhu yang digunakan pada proses refluks yaitu pada 75 °C, 70 °C, 65 °C, dan 60 °C.

3.3.2 Pemisahan Etil Asetat

Proses destilasi hasil refluks dilakukan dengan memperhatikan suhu sistem reaksi agar tidak mendekati titik didih pengotor pada campuran (dapat berupa H₂O, etanol, dan atau asam asetat).

3.3.3 Karakterisasi Sampel

Karakterisasi sampel dilakukan melalui pengamatan sifat fisika, seperti warna larutan dan bau dari larutan, dan penentuan senyawa apa saja yang terkandung dalam larutan sampel menggunakan instrumen GC dan atau GCMS-QP Shimadzu 2010 dengan kolom kapiler Rtx®-5MS. Suhu kolom diprogram 60 °C-270 °C dengan kenaikan 8 °C/menit dan dipertahankan selama 2 menit. Helium digunakan sebagai gas pembawa, suhu injektor yang digunakan sebesar 280 °C, dan laju kolom 1,31 mL/min.

