

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan dari bulan Maret sampai Juni 2021 di Laboratorium Kimia Organik dan Biokimia (LKOB) 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 Penelitian

3.2.1 Alat

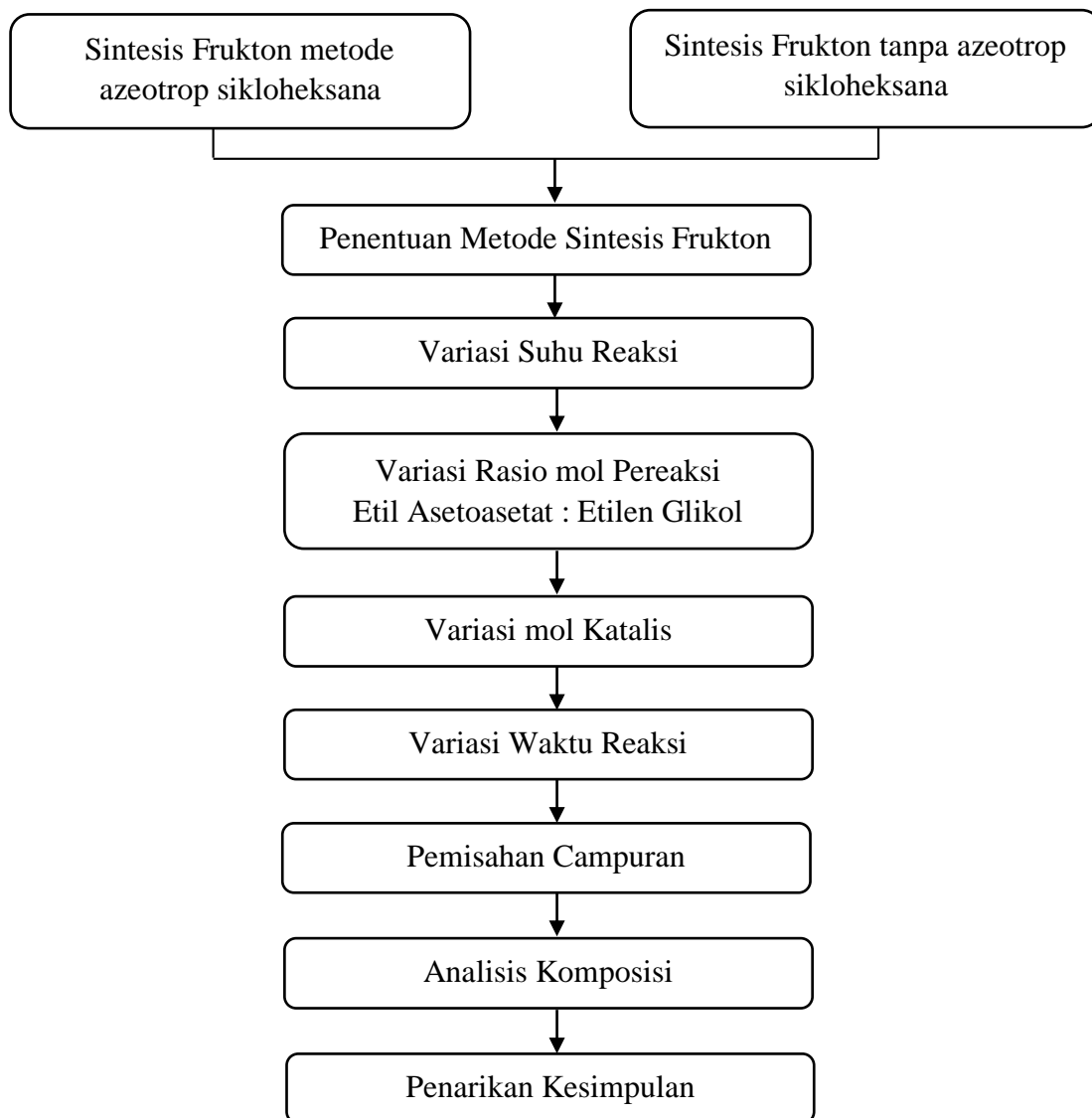
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, alat-alat gelas, set alat refluks, set alat destilasi, rotary evaporator, apparatus dean-stark, stirrer, micro pipet (100-1000 μL), spatula, botol timbang, corong kaca, corong pisah, pipet tetes, oven, hot plate, dan neraca analitik. Tahap karakterisasi, instrumen yang digunakan adalah instrumen GC dan GC-MS.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, etil asetoasetat, etilen glikol, sikloheksana, asam fosfotungstat ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}\cdot\text{H}_2\text{O}$), NaOH, NaCl, Na_2SO_4 anhidrat, aquades, indikator universal, kertas saring dan vaselin.

3.3 Alur Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa tahapan, yaitu tahap sintesis dengan metode refluks dean-stark, ekstraksi cair-cair, dan tahap pemisahan dengan rotatory evaporator (**Gambar 3.1**).

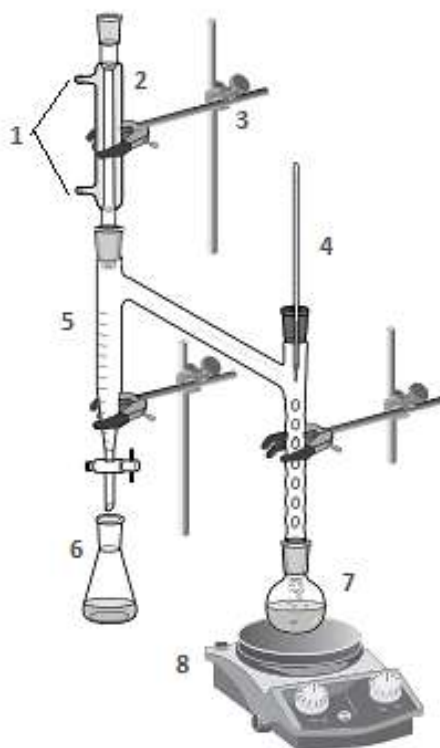


Gambar 3.1 Alur Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Reaksi Asetalisasi Pembentukan Frukton

Sintesis frukton dilakukan dengan cara merefluks sebanyak 12,75 mL (0,1 mol) etil asetoasetat dan etilen glikol menggunakan katalis asam fosfotungstat ($H_3PW_{12}O_{40} \cdot H_2O$) dengan pelarut sikloheksana pada labu leher tiga yang dilengkapi dengan kondensor dan alat dean-stark (**Gambar 3.2**). Proses sintesis frukton dilakukan dengan perbedaan jumlah pelarut sikloheksana dan beberapa optimasi, yaitu suhu reaksi, mol reaktan, jumlah mol katalis, jumlah pelarut dan waktu reaksi. Perbedaan penggunaan sistem reaksi menggunakan 20 mL pelarut sikloheksana dan tanpa pelarut sikloheksana. Campuran direaksikan dan dihitung pada suhu titik azeotrop antara sikloheksana-air.



Gambar 3.2 Set Alat refluks dean-stark

Keterangan :

1. Pendingin Air
2. Kondensor

3. Statif dan Klem
4. Termometer
5. Alat dean-stark
6. Labu Erlenmeyer
7. Labu Dasar Bulat
8. Hot Plate

Variasi suhu dilakukan pada suhu 74°C , 75°C , 76°C , 78°C , dan 81°C . Variasi jumlah mol pereaksi dilakukan dengan bervariasi jumlah etilen glikol dengan perbandingan 1:1,5; 1:2; dan 1:3. Variasi jumlah mol katalis menggunakan asam fosfotungstat ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}\cdot\text{H}_2\text{O}$) sebanyak 20×10^{-4} mol; 10×10^{-4} mol; 5×10^{-4} mol; $2,5 \times 10^{-4}$ mol; dan $1,25 \times 10^{-4}$ mol. Kemudian, dilakukan variasi waktu reaksi yang dilakukan pada 30 menit; 60 menit; 90 menit; 120 menit; 150 menit; 180 menit; 210 menit; dan 240 menit. Kemudian, hasil refluks dinetralkan menggunakan larutan NaOH 10% hingga mencapai pH = 8 dan ditambahkan 10 mL larutan NaCl 10% sebanyak 3 kali pengulangan. Fasa organik (lapisan atas) diambil dan dikeringkan menggunakan Na_2SO_4 anhidrat. Kemudian, didekantasi dan didistilasi menggunakan *retatory evaporator*.

3.4.2 Analisis Komposisi produk

Senyawa produk hasil sintesis dianalisis menggunakan Kromatografi Gas (GC) dan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (GC-MS) untuk ditentukan nilai konversi produk dan analisis komponen senyawa hasil sintesis. Pengujian hasil sintesis dilakukan menggunakan GC Shimadzu P 2010 dengan detektor FID dan kolom DB5 (panjang $30\text{m} \times$ diameter $0,25\text{mm}$). Kondisi analisis menggunakan suhu injektor 260°C , suhu detektor 300°C , dan suhu kolom awal 60°C diikuti dengan peningkatan suhu 10°C /menit hingga suhu 280°C . Sedangkan, identifikasi hasil sintesis dilakukan menggunakan instrumen GC-MS Shimadzu QP 2010 SE dengan kolom RT-X 5 MS (panjang $30\text{ m} \times$ diameter $0,25\text{ mm}$). Kondisi analisis menggunakan suhu injektor 250°C , suhu detektor 260°C , dan suhu kolom awal 60°C diikuti dengan peningkatan suhu 8°C /menit hingga suhu 260°C dan ditahan selama 2 menit.