

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai dengan bulan Juli 2022 di Laboratorium Riset Minyak Atsiri dan Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FPMIPA), Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

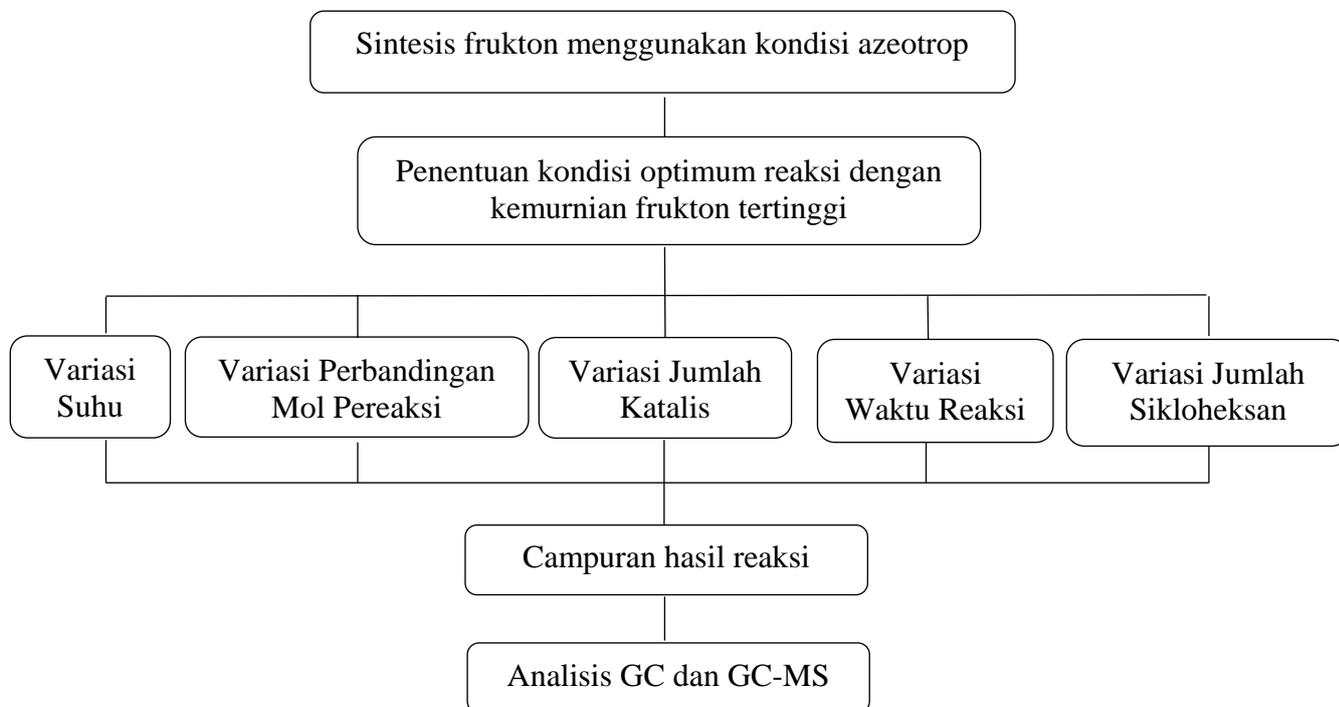
Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi pipet tetes, pipet ukur (5 mL dan 10 mL), karet penghisap, corong pisah, *hotplate*, *magnetic stirrer*, set alat refluks yang dilengkapi dengan *Dean Stark*, statif, klem, beberapa peralatan gelas lainnya, termometer, penangas minyak, spatula, corong pisah, labu erlenmeyer, botol vial, set alat destilasi sederhana, ember, pompa air, selang dan pompa vakum. Pada tahap analisis hasil digunakan alat-alat instrumen seperti *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 pada penelitian ini meliputi etil asetoasetat p.a, etilen glikol p.a, asam sulfat (H_2SO_4) 95-97%, sikloheksan, natrium hidroksida (NaOH), natrium klorida (NaCl), natrium sulfat (Na_2SO_4) anhidrat, aquades, indikator universal, kertas saring, karet dan vaselin.

3.3 Desain Penelitian

Penelitian ini diawali dengan sintesis frukton menggunakan kondisi azeotrop. Desain penelitian dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Desain penelitian sintesis frukton

3.4 Prosedur Percobaan

3.4.1 Sintesis Frukton

Berdasarkan Safitri (2021), etil asetoasetat sebanyak 12,75 mL (0,1 mol), etilen glikol 11,18 mL (0,2 mol), katalis asam sulfat sebanyak 0,336 mL (0,006 mol, 6mol%) dan pelarut sikloheksan dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang dilengkapi dengan set alat *Dean-Strak* kemudian direfluks dengan suhu 78°C selama 2 jam. Proses sintesis frukton dilakukan kembali untuk menentukan kondisi reaksi dengan produk frukton terbanyak. Sintesis frukton dilakukan pada variasi jumlah sikloheksan, variasi suhu, variasi jumlah mol pereaksi, variasi katalis, dan variasi waktu.

Variasi jumlah sikloheksan yang digunakan yaitu 20 mL, 30 mL, 35 mL, dan 40 mL. Variasi suhu dilakukan pada 78°C, 80°C, dan 82°C. Variasi jumlah mol pereaksi dilakukan dengan memvariasikan jumlah etilen glikol, yaitu dengan

perbandingan 1:1,5 dan 1:2. Variasi katalis dilakukan dengan jumlah 0,006 mol, 0,008 mol, dan 0,01 mol. Kemudian variasi waktu reaksi dilakukan selama 2 jam, 2,5 jam, dan 3 jam.

Sampel hasil refluks dinetralkan dengan menambahkan larutan NaOH 10% sampai pH netral, diuji menggunakan indikator universal. Lalu dilakukan proses *salting out* dengan menambahkan larutan NaCl 10% sebanyak 3 kali dan diambil fase organik (bagian atas). Fase organik kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat. Selanjutnya dilakukan pemisahan lebih lanjut yaitu destilasi sederhana vakum.

3.4.2 Analisis Hasil

Analisis kualitatif dilakukan dengan menggunakan alat GC-MS (kromatografi gas spektrometri massa) Shimadzu QP 2010 SE MS (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter dan diameter 0,25 mm) dengan helium sebagai gas pembawa. Kondisi analisis menggunakan suhu injektor 270°C, suhu detektor 300°C, dan suhu kolom awal 100°C diikuti dengan peningkatan suhu 8°C/menit hingga suhu 280°C dan ditahan selama 8 menit. Analisis kuantitatif dianalisis menggunakan alat GC Shimadzu QP 2010 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 270°C, suhu detektor 300°C, suhu kolom awal 60°C, dinaikkan suhunya dengan kecepatan 10°C/menit hingga suhu akhir 280°C (22 menit).