

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian dilakukan pada rentang waktu bulan Maret sampai Agustus 2022 di Laboratorium Riset Minyak Atsiri dan Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) Departemen Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (FPMIPA UPI).

### **3.1 Alat dan Bahan Penelitian**

#### **3.2.1 Alat**

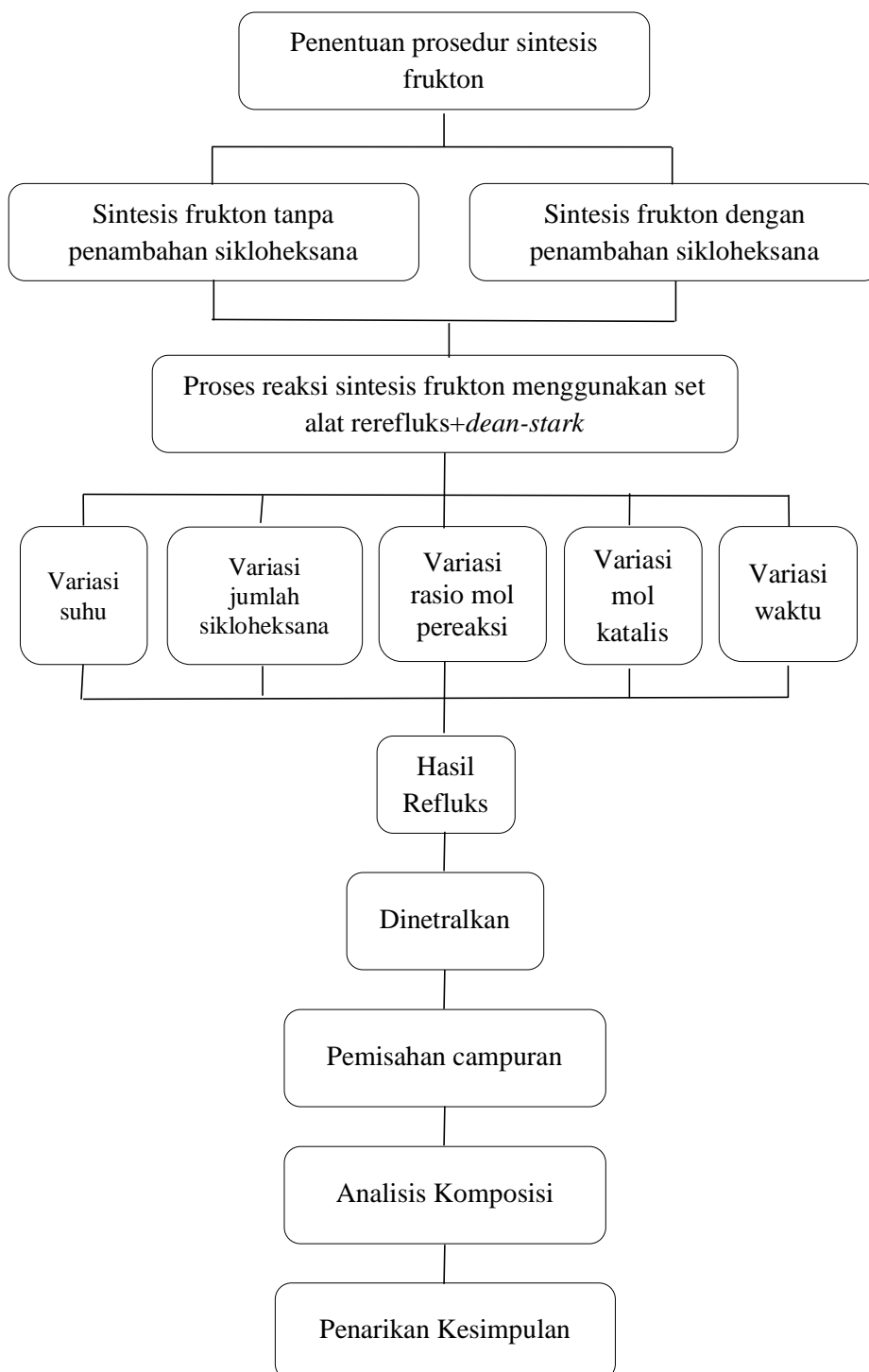
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu alat-alat gelas, set alat refluks, set alat destilasi sederhana vakum, *dean-stark*, *magnetic stirrer*, indikator universal, spatula, botol timbang, corong kaca, corong pisah, pipet tetes, pipet ukur, *hot plate*, penangas minyak, termometer dan timbangan. Tahapan karakterisasi dilakukan menggunakan Instrumen GC dan GC-MS.

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, etil asetoasetat, etilen glikol, sikloheksana, asam para toluen sulfonat, NaOH 10%, NaCl 10%, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat, aquades dan vaselin.

### **3.3 Alur Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan, yaitu tahapan sintesis dengan metode refluks dilengkapi set alat *dean-stark*, netralisasi, tahap pemisahan dan analisis komposisi.



**Gambar 3. 1** Alur Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Reaksi pembentukan frukton

Frukton disintesis melalui asetilasi etil asetoasetat dan etilen glikol. Etil asetoasetat yang digunakan sebanyak 12,75 mL (0,1 mol), etilen glikol, katalis asam

para toluen sulfonat dan pelarut sikloheksana dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang dilengkapi dengan set alat *dean-stark*. Proses sintesis frukton dilakukan dengan membandingkan penggunaan sikloheksana dan tanpa penggunaan sikloheksana sebagai pembentuk azeotrop. Penentuan kondisi optimum dilakukan dengan optimasi suhu reaksi, jumlah sikloheksana, rasio mol pereaksi, jumlah katalis, dan waktu reaksi.

Variasi suhu dilakukan pada suhu 78°C, 80°C, dan 82°C. Variasi jumlah sikloheksana yang digunakan yaitu 20 mL, 30 mL dan 40 mL. Variasi rasio mol pereaksi dilakukan dengan memvariasikan jumlah etilen glikol yang digunakan, perbandingan antara EAA:etilen glikol yaitu 1:1,5; 1:2; dan 1:2,5. Variasi jumlah katalis asam para toluen sulfonat yaitu 0,004 mol, 0,006 mol; 0,008 mol, dan 0,01 mol. Kemudian dilakukan variasi waktu reaksi yang terjadi pada 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit, 180 menit, dan 210 menit.

#### **3.4.2 Penetralan**

Sampel hasil refluks dinetralkan dengan ditetesi menggunakan NaOH secara bertahap sampai pH 8. Deteksi pH dilakukan menggunakan indikator universal.

#### **3.4.3 Salting out**

Sampel yang sudah di netralkan kemudian di *salting out* menggunakan NaCl 10%. NaCl ditambahkan sebanyak 10 mL dengan tiga kali pengulangan.

#### **3.4.4 Pengeringan dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

Natrium sulfat ditambahkan untuk memastikan tidak terdapat air pada campuran hasil *salting out*.

#### **3.4.5 Pemisahan lebih lanjut**

Sampel yang sudah ditambahkan natrium sulfat kemudian di destilasi sederhana dengan dilengkapi set alat vakum.

#### **3.4.5 Analisis Komposisi Produk**

Senyawa produk hasil sintesis dianalisis menggunakan kromatografi gas (GC) dan kromatografi gas spektrometri massa (GC-MS) untuk menentukan nilai konversi produk dan menganalisis senyawa yang dihasilkan pada sintesis. Analisis GC-FID dilakukan menggunakan GC Simadzu P 2010, kolom DB5 (panjang 30 m × diameter 0,25 mm). Gas pembawa yang digunakan yaitu gas nitrogen, suhu injektor sebesar 270°C, suhu detektor 300°C, suhu awal 60°C lalu dinaikan permenit

sebesar 10°C sampai pada suhu 280°C (22 menit). GC-MS yang digunakan yaitu Simadzu QP 2010 SE dengan kolom RT-X 5 MS (panjang 30 m × diameter 0,25 mm), suhu injektor 270°C, suhu detektor 260°C, dan suhu kolom awal 100°C diikuti dengan peningkatan suhu 8°C per menit hingga suhu 280°C dan ditahan selama 8 menit.