

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan Penelitian

4.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

1. Labu leher tiga 100 mL (*Pyrex*)
2. Gelas Beker 100 mL (*Herma*)
3. Gelas Beker 250 mL (*Herma*)
4. Corong Pisah 250 mL (*Pyrex*)
5. Neraca analitik (*Libror EB-330 Shimadzu*)
6. Pipet volume 10 mL (*Pyrex*)
7. Seperangkat alat Refluks
8. Pengaduk Magnetik
9. Kromatografi Gas – Spektrometer Massa (GC-MS, Shimadzu QP-2010SE)
10. *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR, Perkin Elmer Spektrometer, FTIR Spectrum Two)

4.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

1. Naftol ($C_{10}H_8O$) p.a
2. Dimetil karbonat ($C_3H_6O_3$) p.a
3. Tetrabutylammonium bromida ($C_{16}H_{36}BrN$) p.a
4. Natrium karbonat (Na_2CO_3) p.a
5. Metil tersier butyl eter ($C_5H_{12}O$) p.a
6. Asam Klorida (HCl) 5%
7. Natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4) p.a
8. Natrium klorida (NaCl) jenuh

4.2 Cara Kerja

4.2.1 Sintesis 1-metoksi naftalen Dengan Variasi Jumlah Mol Dimetil Karbonat (DMC)

Proses variasi jumlah mol dimetil karbonat (DMC) dilakukan dengan mencampurkan naftol, tetrabutylamonium bromide (TBAB), dimetil karbonat (DMC) dan natrium karbonat (Na_2CO_3), dimasukkan ke dalam labu leher tiga 250 mL yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnet kemudian direfluks selama 5 jam pada suhu 90°C . Komposisi jumlah reagen yang digunakan sesuai dengan **Tabel 5**.

Tabel 5. Perbandingan Rasio Mol Pada Variasi Jumlah Mol DMC

TBAB (mmol)	Naftol (mmol)	DMC (mmol)	Na_2CO_3 (mmol)	Waktu refluks (jam)
6	10	200 240	7,5	5

Selanjutnya, hasil refluks dilarutkan dengan metil tersier butil ester (MTBE) secukupnya kemudian diaduk sampai terbentuk 2 lapisan, kemudian disaring dan dipindah ke corong pisah 100 mL. Setelah itu ditambah HCl 5% sampai pH 0-1 dan terbentuk 2 lapisan. Kemudian dilakukan ekstraksi cair-cair sebanyak 3 kali, dimana lapisan organik dicuci dengan larutan garam jenuh hingga pH netral. Lapisan organik yang terkumpul ditambah Na_2SO_4 anhidrat secukupnya kemudian diuapkan untuk menghilangkan pelarut. Hasil sintesis kemudian dianalisis menggunakan GC-MS, kemudian ditentukan jumlah penambahan DMC yang menghasilkan produk optimum.

4.2.2 Sintesis 1-metoksi naftalen Dengan Variasi Waktu Refluks

Proses variasi waktu refluks dilakukan dengan mencampurkan naftol, tetrabutylamonium bromide (TBAB), dimetil karbonat (DMC) dan natrium karbonat (Na_2CO_3), dimasukkan ke dalam labu leher tiga 250 mL yang telah

dilengkapi dengan pengaduk magnet kemudian direfluks selama 10 dan 15 jam pada suhu 90 °C. Komposisi jumlah reagen yang digunakan sesuai dengan **Tabel 6**.

Tabel 6. Perbandingan Rasio Mol Pada Variasi Waktu Refluks

TBAB (mmol)	Naftol (mmol)	DMC (mmol)	Na₂CO₃ (mmol)	Waktu refluks (jam)
6	10	160	7,5	10
				15

Selanjutnya, hasil refluks dilarutkan dengan metil tersier butil ester (MTBE) secukupnya kemudian diaduk sampai terbentuk 2 lapisan, kemudian disaring dan dipindah ke corong pisah 100 mL. Setelah itu ditambah HCl 5% sampai pH 0-1 dan terbentuk 2 lapisan. Kemudian dilakukan ekstraksi cair-cair sebanyak 3 kali, dimana lapisan organik dicuci dengan larutan garam jenuh hingga pH netral. Lapisan organik yang terkumpul ditambah Na₂SO₄ anhidrat secukupnya kemudian diuapkan untuk menghilangkan pelarut. Hasil sintesis kemudian dianalisis menggunakan GC-MS dan FTIR, kemudian ditentukan waktu refluks yang menghasilkan produk optimum.