

3.2 Metodologi Penelitian

3.2.1 Penentuan Orde Reaksi

3.2.2 Reaksi Esterifikasi

Pada penelitian ini reaksi esterifikasi dilakukan dengan variasi konsentrasi asam asetat 0.4 : 0.8 : 1.2 : 1.6 : 2.0 M serta alkohol berlebih serta dua macam kondisi:

1. Penambahan H_2SO_4 dilakukan dengan variasi konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5 M. Setiap penambahan H_2SO_4 ini reaksi esterifikasi dilakukan pada temperatur tetap.

2. Perubahan temperatur.

Pengamatan dilakukan pada temperatur 40, 50, 60, 70°C.

3.2.3 Optimasi lanjut penambahan variasi konsentrasi H_2SO_4 5,5; 6,0 ; 6,5 ; 6,5 ; 7,0 ; 7,5 ; 8,0 ; 8,5 ; 9,5 M dan pada temperatur 70°C.

3.2.4 Pengaruh Penambahan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 0,16 ; 0,32; 0,54; 1,08 ; 1,62 gr pada Konsentrasi Katalis H_2SO_4 1 M.

3.2.5 Optimasi Efektifitas Pengaruh Garam $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 1,08 gr pada Konsentrasi Katalis H_2SO_4 1;2;3;4;5;5,5; 6;6,5;7;7,5;8;8,5;9,5 M dan temperatur 170°C.

3.2.6 Cara Kerja

A. Percobaan untuk Menentukan Orde Reaksi

1. Dua tabung reaksi besar dan tabung reaksi yang berukuran sedang dipersiapkan.

2. Kedua tabung reaksi yang berukuran sedang diisi

diisi dengan larutan CH_3COOH 4 M dan 6 M masing-masing sebanyak 10 ml dan ditambah 0.5 ml H_2SO_4 pekat.

3. Kedua tabung reaksi besar diisi dengan etil alkohol 10 M sebanyak 10 ml.
4. Keempat tabung reaksi di atas ke dikondisikan dalam water-bath pada suhu 70°C selama 5 menit.
5. Selanjutnya isi tabung reaksi sedang dicampurkan ke dalam tabung reaksi besar dan pada saat pencampuran dilakukan pencatatan waktu.
6. Setiap selang waktu 10 menit dilakukan pengambilan campuran reaktan dan produk sebanyak 5 kali pengambilan.
7. Hasil dianalisa
8. Percobaan di atas diulangi dengan mengganti larutan asam asetat 4 dan 6 M dengan etil alkohol 4 M dan 6 M. Sedangkan larutan etil alkohol 10 M diganti dengan larutan asam asetat 10 M.

B. Percobaan untuk Mengamati Korelasi antara Konsentrasi Asam Asetat, Asam Sulfat dan Temperatur.

(a) Variasi Penambahan Asam Asetat

1. Tabung reaksi besar dan kecil ditandai masing-masing dari nomor 1 sampai 5.
2. Ke dalam masing-masing tabung reaksi besar diisi dengan asam asetat sebanyak 5 ml dengan

konsentrasi secara berturut 0.4: 0.8: 1.2: 1.6: 2.0 M. Sedangkan tabung reaksi kecil diisi masing-masing diisi dengan 2 ml H_2SO_4 1 M dan 13 ml etil alkohol.

3. Selanjutnya kelima jenis tabung reaksi besar dan kecil dimasukkan ke dalam penangas air (terlebih dahulu suhunya diatur pada suhu $40^{\circ}C$ dan temperaturnya konstan atau terjadi fluktuasi temperatur diusahakan sekecil mungkin). Pemanasan ini dilakukan selama 5 menit.
4. Setelah 5 menit berakhir, setiap pasangan tabung reaksi tersebut direaksikan. Bersamaan pencampuran ini dilakukan, stopwatch dihidupkan guna mencatat waktu reaksi.
5. Pada waktu 30, 60, 90, 120 dan 180 menit dilakukan pengambilan campuran (reaktan dan ester) yang akan dianalisa dan secepatnya didinginkan ke dalam campuran es dan air.
6. Dianalisa dengan metode tirasi alkalimetri.
7. No. 1 - 6 diulangi, tetapi pada tabung reaksi kecil diganti berturut-turut dengan:
 - a. 2 ml H_2SO_4 2 M dan 13 ml etil alkohol
 - b. 2 ml H_2SO_4 3 M dan 13 ml etil alkohol
 - c. 2 ml H_2SO_4 4 M dan 13 ml etil alkohol
 - d. 2 ml H_2SO_4 5 M dan 13 ml etil alkohol

(b) Variabel Suhu

1. Prosedur seperti di atas diulangi, namun kondisi temperaturnya yang diubah dari 40 ke 50, 60 dan 70°C.
2. Percobaan diulangi tiga kali.

(c) Variabel penambahan garam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

1. Tabung reaksi yang berukuran sedang diisi dengan 2 ml H_2SO_4 1 M + 0,16gr $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 13 ml etil alkohol absolut
2. Tabung reaksi besar diisi dengan 5 ml asam asetat 2 M.
3. Kedua jenis tabung reaksi dikondisikan pada kondisi pada suhu 70°C selama 5 menit dan selanjutnya kedua campuran itu dicampurkan dan waktunya dicatat.
4. Hasil reaksi diambil pada menit ke-60, 120 dan 180 dan selanjutnya hasil reaksi itu dianalisa.
5. Percobaan ini diulangi, tetapi garam $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ divariasasi 0,16; 0,32; 0,54; 1,08; 1,62 gr.

C. Percobaan untuk Penentuan Optimasi Penambahan Katalisator H_2SO_4 .

1. Tabung reaksi kecil diisi dengan 2 ml Larutan H_2SO_4 5,5 M + 13 ml etil alkohol.
2. Tabung reaksi besar diisi dengan 5 ml asam asetat 5 M.

3. Kedua tabung reaksi dikondisikan selama 5 menit pada suhu 70°C . selanjutnya direaksikannya selama selama 180 menit dan menganalisa.
4. No.1 sampai 3 diulangi tetapi diganti dengan konsentrasi larutan H_2SO_4 6 sampai 9,5 M.

D. Penentuan Efektifitas Kerja $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Pada Berbagai Konsentrasi katalisator asam sulfat.

1. Prosedur kerja seperti pada penentuan optimasi penambahan katalisator H_2SO_4 tetapi tabung kecil diisi dengan 2 ml larutan H_2SO_4 6.5 M + 1.08 gr $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 13 ml etil alkohol.
2. Dikondisikan selama 5 menit pada suhu 70°C dan kemudian direaksikannya.
3. Produk diambil pada menit ke-180 dan dianalisa.
4. No.1 sampai no.3 diulangi tetapi diganti dengan konsentrasi larutan H_2SO_4 1 M sampai 9,5 M.

3.2.7 Analisa Produk

1. Peralatan analisa disusun seperti gambar 3.2
2. Sampel diambil dengan pipet sebanyak 1 ml ke dalam bekar gelas 120 ml dan diencerkan dengan aquades sampai kira-kira 20 ml.
3. Elektrode-elektrode dicelupkan ke dalam larutan dan dijaga agar kedua elektrode terendam di bawah permukaan larutan yang dianalisa.
4. Pengaduk magnetiknya diatur dan sebuah buret

3. Kedua tabung reaksi dikondisikan selama 5 menit pada suhu 70°C . selanjutnya direaksikannya selama selama 180 menit dan menganalisa.
4. No.1 sampai 3 diulangi tetapi diganti dengan konsentrasi larutan H_2SO_4 6 sampai 9,5 M.

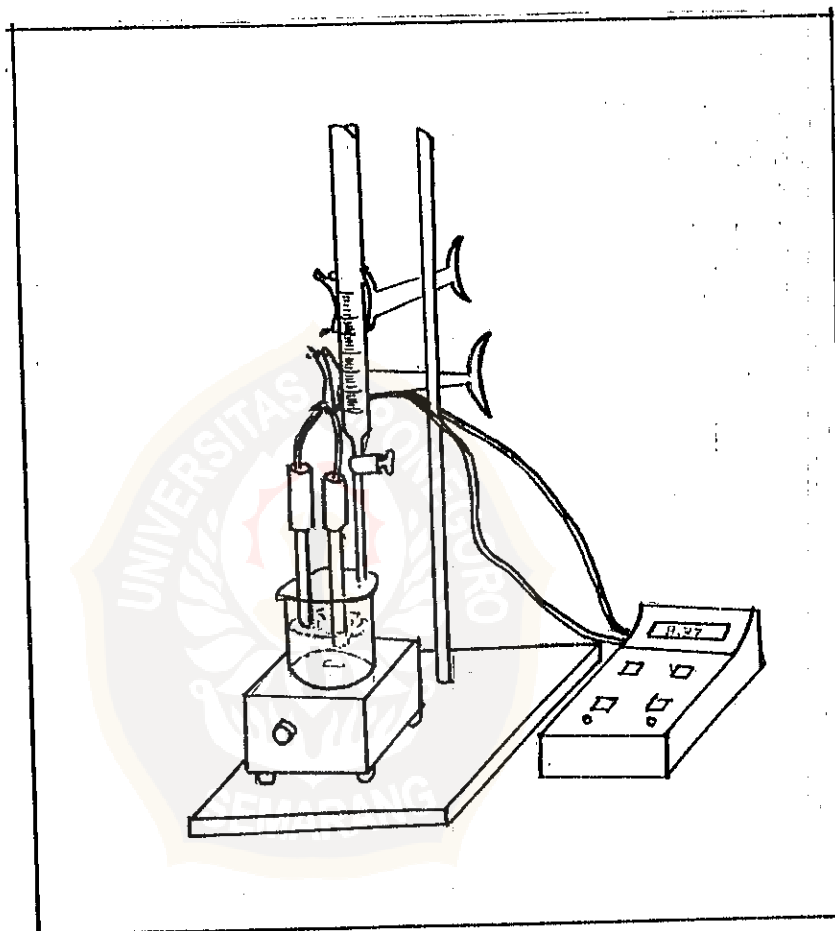
D. Penentuan Efektifitas Kerja $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Pada Berbagai Konsentrasi katalisator asam sulfat.

1. Prosedur kerja seperti pada penentuan optimasi penambahan katalisator H_2SO_4 tetapi tabung kecil diisi dengan 2 ml larutan H_2SO_4 6,5 M + 1,08 gr $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 13 ml etil alkohol.
2. Dikondisikan selama 5 menit pada suhu 70°C dan kemudian direaksikannya.
3. Produk diambil pada menit ke-180 dan dianalisa.
4. No.1 sampai no.3 diulangi tetapi diganti dengan konsentrasi larutan H_2SO_4 1 M sampai 9,5 M.

3.2.7 Analisa Produk

1. Peralatan analisa disusun seperti gambar 5.
2. Sampel diambil dengan pipet sebanyak 1 ml ke dalam bekar gelas 120 ml dan diencerkan dengan aquades sampai kira-kira 20 ml.
3. Elektrode-elektrode dicelupkan ke dalam larutan dan dijaga agar kedua elektrode terendam di bawah permukaan larutan yang dianalisa.
4. Pengaduk magnetiknya diatur dan sebuah buret

dipasang seperti yang ditunjukkan gambar 5.



Gambar 5 Rangkaian Alat

5. Kemudian menitrasi dan mengamati perubahan pH. Selanjutnya menambahkan titran dengan selang $0,1$ ml ketika mendekati titik ekuivalen hingga titik ekuivalen tercapai atau terlampaui.

3.2.8 Metode Analisa

Jumlah produk ester setiap waktu tertentu ditentukan dengan analisa titrasi alkalimetri terhadap perubahan jumlah asam asetat yang belum bereaksi. Untuk mengetahui titik akhir titrasi digunakan pH meter. Jumlah produk ester pada waktu tertentu dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Jumlah ester} = (V_0 - V_t) \times N_{\text{NaOH}}$$

Di mana V_0 = Banyaknya volume larutan NaOH yang diperlukan untuk menitrasi campuran asam sulfat asam asetat dan etil alkohol *sebelum* terjadi reaksi esterifikasi.

V_t = Banyaknya volume larutan NaOH yang diperlukan untuk menitrasi campuran asam sulfat asam asetat dan etil alkohol *setelah* terjadi reaksi selama waktu t menit