

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan merupakan penelitian eksperimen laboratorik.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Alat Penelitian

Microwave oven (Sakura MW 9600 dengan daya output 1600W frekuensi 2,450MHz), seperangkat alat untuk kromatografi lapis tipis, timbangan analitik (Sartorius, Jerman), Melting point apparatus (Stuart Scientific, UK), spektrofotometer infra merah (FTIR Perkin Elmer One, USA), spektrofotometer UV (Hitachi UV-Vis U-2910, Japan), spektrometer resonansi magnetik inti (Hitachi FT-NMR R-1900, Japan).

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain 3,4-dimetoksibenzaldehida p.a (Merck, Jerman), siklopentanon p.a (Merck, Jerman), Natrium Hidroksida p.a (Merck, Jerman), asam klorida (Merck, Jerman), benzaldehida p.a (Merck, Jerman), Kloroform p.a. (Mallinckrodt Chemicals, USA), etil asetat p.a (Mallinckrodt Chemicals, USA), n-heksana p.a (Mallinckrodt Chemicals, USA), etanol p.a (Mallinckrodt Chemicals, USA), silica gel 60 F254 setebal 0,2 mm ukuran 20x20cm, pipa kapiler dan aquadest.

3.3 Metode Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratoris. Pada penelitian ini digunakan beberapa variabel, yaitu: variabel bebas (perbedaan metode sintesis senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden) dengan metode konvensional dan bantuan iradiasi gelombang mikro), variabel terikat (persentase kondisi optimum reaksi pada masing-masing metode), dan variabel terkontrol (2:1:1) 3,4-dimetoksibenzaldehid, siklopentanon, dan NaOH.

3.4 Tahapan Penelitian

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis secara konvensional dan sintesis dengan iradiasi gelombang mikro dengan tiga kali replikasi dan uji pada masing-masing hasil senyawa sintesis untuk mengetahui kemurniannya. Tahap-tahap penelitian yang akan dilakukan adalah :

1. Penentuan kondisi reaksi optimum sintesis senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan metode bantuan iradiasi gelombang mikro.
2. Sintesis senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan metode bantuan iradiasi gelombang mikro.
3. Penentuan kondisi reaksi optimum sintesis senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan metode cara konvensional.
4. Sintesis senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan metode cara konvensional pada kondisi reaksi optimum terpilih.
5. Setelah itu kedua metode dilakukan sintesis tiga kali replikasi.
6. Uji kemurnian dan identifikasi struktur senyawa hasil sintesis. Uji kemurnian meliputi uji titik leleh dan uji kromatografi lapis tipis,

sedangkan identifikasi struktur dilakukan dengan pengujian spektrofotometer inframerah, spektrofotometer UV-Vis, dan spektroskopi H-NMR.

7. Membandingkan kondisi reaksi sintesis senyawa 2,5-*bis*-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon menggunakan metode konvensional dan metode bantuan iradiasi gelombang mikro.

3.5 Metode Penelitian

3.5.1. *Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.*

Dilakukan penentuan kondisi sintesis terbaik pada senyawa 2,5-*bis*-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon meliputi lama waktu sintesis dengan daya tertentu (Tabel 3.1). Hasil terbaik akan digunakan sebagai acuan untuk melakukan sintesis 2,5-*bis*-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon.

3,4-dimetoksibenzaldehid sebanyak 0,33g (2 mmol), siklopentanon sebanyak 0,9 ml (1 mmol), dan etanol 5 ml dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berada di dalam mangkuk berisi es, lalu aduk campuran tersebut., kemudian campuran tersebut ditambahkan larutan NaOH 10% 0,4 ml (1 mmol) ke dalam erlenmeyer sedikit demi sedikit sambil diaduk selama beberapa detik, tutup dengan *plastic wrap* yang diberi lubang. Selanjutnya, campuran bahan diiradiasi dengan bantuan gelombang mikro dengan daya 200 watt (P10) selama 30 detik. Dalam menentukan kondisi optimum, dilakukan *sampling* pada daya 600 watt (P30) selama 30 detik. Hasil terbaik akan digunakan sebagai acuan untuk melakukan sintesis 2,5-*bis*-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon.

Setelah diiradiasi dengan bantuan gelombang mikro, dilakukan pencucian dengan HCl 1N sampai asam kemudian disaring dan dicuci dengan air. Selanjutnya dicuci dengan etanol, lalu dikeringkan. Hasil sampling yang telah diperoleh kemudian diuji dengan kromatografi lapis untuk mengetahui kesempurnaan reaksinya dengan menggunakan eluen kloroform tunggal. Jika hasil KLT sudah menunjukkan terbentuknya noda baru yang berbeda dari noda 3,4- dimetoksibenzaldehida.

3.5.2. *Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro pada Kondisi Optimum terpilih*

Dilakukan prosedur yang sama persis seperti pada poin 3.5.1 pada daya 200 watt (P10) selama 30 detik. Hasil reaksi dilakukan pencucian dengan HCl lalu disaring dan dicuci kembali dengan air untuk menghilangkan sisa asam. Selanjutnya dicuci dengan n-heksana untuk menarik kelebihan benzaldehid dari campuran tersebut, lalu hasilnya disaring dan dicuci kembali dengan etanol, keringkan dan timbang. Sampel dilakukan rekristalisasi dengan menggunakan pelarut campur $\text{CHCl}_2/\text{EtOH}$ panas, hasil rekristalisasi di diamkan sampai terbentuk kristal. Kristal hasil rekristalisasi dicuci dengan etanol kemudian saring, keringkan dan timbang untuk mengetahui persen perolehan kembali. Sintesis dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

3.5.3. *Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Cara Konvensional.*

Dilakukan penentuan kondisi sintesis terbaik pada senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon meliputi lama waktu sintesis. Hasil terbaik akan digunakan sebagai acuan untuk melakukan sintesis 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon.

Metode yang dilakukan dalam proses penentuan kondisi sintesis senyawa dibenzilidensiklopentanon adalah sebagai berikut : 3,4-dimetoksibenzaldehid sebanyak 0,33 g (2 mmol), siklopentanon sebanyak 0,9 ml (1 mmol), dan etanol 5 ml dimasukkan kedalam elenmeyer yang berada di dalam mangkuk berisi es, lalu aduk campuran tersebut menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian campuran tersebut ditambahkan larutan NaOH 10% 0,4 ml (1 mmol) ke dalam beaker glass sedikit demi sedikit sambil diaduk selama 30 menit. Lalu disampling pada menit ke- 30, 60, dan 90.

Setelah *disampling* ditambahkan *aquadest* 20 ml untuk mendesak benzaldehid mengendap kemudian cuci dengan HCl lalu disaring dan dicuci kembali dengan air untuk menghilangkan sisa asam. Selanjutnya dicuci dengan n-heksana untuk menarik kelebihan benzaldehid dari campuran tersebut, lalu hasilnya disaring dan dicuci kembali dengan etanol, keringkan dan timbang. Sampel dilakukan rekristalisasi dengan menggunakan pelarut campur $\text{CHCl}_2/\text{EtOH}$ panas, hasil rekristalisasi di diamkan sampai terbentuk kristal.

Kristal hasil rekristalisasi dicuci dengan etanol kemudian disaring, keringkan dan timbang. Kristal diambil sedikit dan dilarutkan dengan kloroform pada vial – vial yang tersedia untuk ditotolkan pada plat *silica* gel 60 F245 pada uji kromatografi lapis tipis. Lama waktu sintesis yang terbaik dinilai dari tidak adanya noda senyawa awal yang terbentuk pada hasil KLT dan terbentuk noda tunggal yang baru serta persentase rendemen terbesar.

3.5.4. *Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Cara Konvensional pada Kondisi Optimum Terpilih*

Dilakukan prosedur yang sama persis seperti pada poin 3.5.3. Namun, campuran bahan tersebut diaduk dengan magnetic stirer selama 90 menit. Setelah itu ditambahkan 20 ml aquades untuk mendesak benzaldehid terendap, dan dilakukan penyaringan endapan kemudian cuci dengan HCl lalu disaring dan dicuci kembali dengan air untuk menghilangkan sisa asam. Selanjutnya dicuci dengan n-heksana untuk menarik kelebihan benzaldehid dari campuran tersebut, lalu hasilnya disaring dan dicuci kembali dengan etanol, keringkan dan timbang. Sampel dilakukan rekristalisasi dengan menggunakan pelarut campur $\text{CHCl}_2/\text{EtOH}$ panas, hasil rekristalisasi di diamkan sampai terbentuk kristal. Kristal hasil rekristalisasi dicuci dengan etanol kemudian saring, keringkan dan timbang. Sintesis dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

3.6 Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis

3.6.1. *Uji Kromatografi Lapis Tipis*

Pemeriksaan kualitatif dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dilakukan untuk mengetahui ada tidaknya pengotor dari hasil samping reaksi sintesis, kemurnian senyawa hasil sintesis dan mengetahui apakah reaksi yang berjalan sudah sempurna, serta untuk memastikan hasil replikasi sintesis merupakan senyawa identik. Uji KLT menggunakan fase diam *silica* gel 60 F245 dan 3 macam fase gerak yaitu; kloroform tunggal, kloroform : n-heksana (1:1 v/v), kloroform : n-heksana (3:2 v/v). Noda pada lempeng akan diamati pada lampu UV 245 nm. Pertama-tama, eluen dimasukkan kedalam *chamber* yang dan didiamkan hingga jenuh. Sampel senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam etanol lalu ditotolkan pada lempeng *silica* dengan pembanding 3,4-dimetoksibenzaldehida. Urutan penotolan

adalah pembandingan 3,4-dimetoksibenzaldehida, dan sampel yang kemudian lempeng dimasukkan kedalam bejana dan dilakukan eluasi hingga eluen mencapai batas eluasi.

Setelah eluasi selesai lempeng dikeringkan, lalu noda diamati dibawah lampu UV 245 nm. Kemudian ditentukan harga Rf (*Retardation factor*) dari masing-masing noda. Senyawa yang diuji adalah 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional dan metode iradiasi gelombang mikro dan sebagai pembandingan adalah 3,4-dimetoksibenzaldehida. Noda tunggal diamati dengan tiga fase gerak berbeda kepolaran yang akan menghasilkan rf yang berbeda pula dengan tujuan untuk melihat kemurnian senyawa hasil sintesis.

3.6.2. Uji Titik Leleh

Pemeriksaan kualitatif dengan menggunakan titik leleh dilakukan untuk mengetahui kemurnian dari senyawa hasil sintesis. Uji titik leleh menggunakan pipa kapiler dan *melting point* apparatus. Senyawa hasil sintesis yang telah direkristalisasi dihaluskan dan dimasukkan kedalam pipa kapiler yang salah satu ujungnya telah ditutup dengan pemanasan dengan tinggi kurang lebih 1-2 mm. Pipa kapiler kemudian dimasukkan kedalam lubang *electrothermal melting point* apparatus yang telah dihubungkan dengan listrik. Selanjutnya zat diamati dari awal mulai meleleh hingga zat meleleh dengan sempurna. Pengujian titik leleh dilakukan dengan replikasi sebanyak tiga kali. Kemurnian senyawa ditandai dengan rentang titik leleh yang sempit yaitu kurang lebih sama dengan 2 °C.

3.7 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis

3.7.1. Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi Spektrofotometri Inframerah

Sampel hasil sintesis diambil sedikit, kemudian diletakan di atas plat UATR dan diamati pada bilangan gelombang rentang $4000-600\text{ cm}^{-1}$. Kemudian ditentukan gugus fungsi dari senyawa yang dianalisis dengan identifikasi pada pita serapan sesuai ketentuan yang ada. Identifikasi struktur dengan Spektrofotometer Inframerah menggunakan bahan baku awal yaitu siklopentanon dan 3,4-dimetoksibenzaldehida sebagai pembanding.

3.7.2. Identifikasi Struktur dengan Spektrofotometer UV

Sedikit senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam etanol sampai 10 ml (1000 ppm), lalu diencerkan sampai 10 ppm kemudian ditentukan puncak serapannya pada panjang gelombang maksimum pada spektrofotometer UV.

3.7.3. Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi Resonansi Magnetic Inti

Identifikasi struktur dengan menggunakan spektroskopi resonansi magnetik inti dilakukan dengan melarutkan sedikit sampel hasil sintesis menggunakan metanol-d₄ sebagai pelarut dan TMS (tetrametilsilan) sebagai standar internal. Selanjutnya campuran dimasukkan ke dalam tabung sampel spektroskopi resonansi magnetik inti. Kemudian tabung sampel dimasukkan ke dalam alat spektrometer resonansi magnet inti dan dibuat spektrum resonansi proton senyawa pada daerah geseran kimia 0-14 ppm, kemudian ditentukan intensitas, jumlah, integrasi relatif dan posisi daerah geseran kimia dari puncak- puncak proton (atom H) pada spektrum yang dihasilkan.

3.8 Analisis Data

Pada penelitian ini analisis data dilakukan dengan melakukan perbandingan perhitungan hasil rendemen 2,5-*bis*-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dari sintesis dengan menggunakan metode konvensional dan metode iradiasi gelombang mikro. Persentase hasil rendemen hasil sintesis didapat dengan rumus : $\frac{x}{y} \times 100\%$ dimana X adalah berat senyawa hasil reaksi dan Y adalah hasil perhitungan teoritis dari senyawa. Rata-rata rendemen dari replikasi yang digunakan untuk membandingkan metode konvensional dan iradiasi gelombang mikro.