

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Penelitian ini menggunakan peralatan laboratorium yang umum, satu set alat refluks untuk melangsungkan reaksi, pemanas yang dilengkapi pengaduk magnet, kromatografi kolom untuk pemisahan senyawa, alat-alat gelas, neraca analitik, alat penentu titik lebur, lampu ultra-violet gelombang panjang (366 nm) dan gelombang pendek (254 nm), spektrofotometer UV-Vis Shimadzu serta infra merah Shimadzu FTIR-8201 PC untuk pemeriksaan struktur.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah asam sinamat p.a sebagai *starting material*, fenol dan SOCl_2 p.a sebagai sumber nukleofil, AlCl_3 anhidrat sebagai katalis, NaHCO_3 p.a, etanol 95 %, CH_2Cl_2 digunakan untuk memurnikan kristal, metanol, n-heksana, etil Asetat p.a sebagai eluen KLT, plat KLT merck GF₂₅₄ untuk uji noda dan silika gel merck G 60 untuk kromatografi kolom.

3.2. Metode kerja

Penelitian yang dilakukan meliputi tahap-tahap sebagai berikut :

1. Reaksi dan identifikasi produk, yaitu :

1. Sintesis fenil sinamat

2. Sintesis senyawa kalkon terhidroksilasi

Dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Undip, Semarang.

2. Analisis struktur senyawa hasil reaksi, dilakukan di Laboratorium Kimia Organik UGM dan di Laboratorim Balai Penelitian dan Pengembangan Industri dan Perdagangan Semarang.

3.2.1. Sintesis Fenil Sinamat

Sebanyak 14,9 gram (0,10 mol) asam sinamat dipanaskan dengan 7,4 mL (0,10 mol) tionil klorida selama 1 jam pada temperatur 78 °C. Setelah dingin ditambah 9,4 gram (0,10 mol) fenol dan dipanaskan selama 1 jam pada temperatur 80 °C. Temperatur dinaikkan sampai 140 °C selama 15 menit. Residu dicuci dengan NaHCO₃ 2 % dan direkristalisasi dengan etanol 95 %. Kristal murni yang diperoleh diuji titik leleh, dianalisis dengan KLT , spektrofotometer UV-Vis dan infra merah.

3.2.2. Sintesis Senyawa Kalkon Terhidroksilasi

Sebanyak 2 gram AlCl₃ Anhidrat (0,015 mol) direfluks dengan 5 mL diklorometana pada temperatur kamar. Fenil sinamat sebanyak 2,24 gram (0,01) mol dilarutkan dalam 3 mL diklorometana, ditambahkan dalam sistem dan dipanaskan selama 2 jam pada temperatur 80 °C. Temperatur dinaikkan lagi sampai 100 °C selama 2 jam dan didinginkan. Campuran reaksi ditambah HCl : H₂O (1 : 1) sebanyak 5 mL dan H₂O 10 mL. Padatan yang diperoleh diekstrak

dengan diklorometana, kemudian ditambah larutan NaOH 2 M, lapisan anorganik diambil dan ditambahkan HCl pekat sampai pH = 1. Diperoleh padatan berwarna merah keunguan, padatan ini diperiksa dengan KLT, karena terdapat dua noda, dilakukan kromatografi kolom menggunakan eluen heksana : etil asetat (1 : 3). Masing-masing fraksi diuji dengan KLT menggunakan eluen tersebut dan diperoleh 3 fraksi utama, fraksi I dan III diuji titik leleh dan dianalisis dengan KLT, spektrofotometer UV-Vis dengan pereaksi geser dan infra merah.

