

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Penelitian ini menggunakan satu set alat refluks untuk melangsungkan reaksi, pemanas yang dilengkapi pengaduk magnet, Spektrofotometer IR dengan daerah $500-4000\text{ cm}^{-1}$ untuk menguji produk akhir dan reaktan dan alat penentu titik leleh merk Fischer-John.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi sistein sebagai *starting material*, asam format 90 % sebagai reagen formilasi yang digunakan, asetat anhidrida sebagai agen pemerangkap air, etanol absolut untuk mencuci kristal produk. Semua bahan tersebut diproduksi oleh Merk Jerman.

3.2. Cara Kerja

3.2.1. Pembentukan *N*-Formil Sistein

Sebanyak 0,10 mol sistein (BM = 121,16) dimasukkan ke dalam labu bulat leher tiga 25 mL kemudian ditambahkan asam format 90 %. Larutan dipanaskan sampai temperatur 30-40 °C. Pada temperatur $\pm 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ditambahkan anhidrida asetat tetes demi tetes melalui corong pisah. Setelah penambahan anhidrida asetat selesai, campuran diaduk pada temperatur kamar selama 60 menit. Pada akhir pengadukan, campuran ditambahkan 8 mL air-es. Campuran

dipekatkan dengan pengurangan tekanan menggunakan *rotary evaporator*. Residu direkristalisasi dengan etanol. Kristal murni yang diperoleh ditentukan titik leleh dan dianalisis dengan spektrofotometer IR.

3.2.2. Penentuan Waktu Optimum Reaksi *N*-Formil Sistein

Sebanyak 0,10 mol sistein (BM = 121,16) dimasukkan ke dalam labu bulat leher tiga 25 mL kemudian ditambahkan asam format 90 %. Larutan dipanaskan sampai temperatur 30-40 °C. Pada temperatur ± 40 °C ditambahkan anhidrida asetat tetes demi tetes melalui corong pisah. Setelah penambahan anhidrida asetat selesai, campuran diaduk pada temperatur kamar selama 60 menit. Dilakukan variasi waktu pengadukan: 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Pada akhir pengadukan, campuran ditambahkan 8 mL air-es. Campuran dipekatkan dengan pengurangan tekanan menggunakan *rotary evaporator*. Residu direkristalisasi dengan etanol. Kristal murni yang diperoleh ditentukan titik leleh dan dianalisis dengan spektrofotometer IR.