BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan satu set reaktor, evaporator vakum putar untuk menguapkan pelarut, corong pisah untuk ekstraksi, penentu titik leleh *Fisher-John*, spektrofotometer UV-VIS dengan daerah panjang gelombang 200 - 1000 nm untuk menganalisis hasil reaksi, spektrofotometer IR, silika gel 60 F-254 untuk uji kemurnian hasil reaksi, lampu UV, lemari pendingin, indikator pH universal, desikator, alat-alat laboratorium dari gelas.

Bahan-bahan yang digunakan yaitu vanilin p.a (merck) dan asetofenon p.a (merck) sebagai bahan awal, etanol 96 % sebagai pelarut, metilen klorida p.a (merck) sebagai pelarut untuk ekstraksi dan uji kemurnian hasil reaksi, NaOH pellet p.a (merck) sebagai katalis, akuades sebagai pelarut untuk ekstraksi, asam klorida 37% p.a (merck) sebagai agen pengasam, metanol p.a (merck) sebagai larutan blangko dan pelarut pada analisis hasil reaksi menggunakan spektrofotometer UV-VIS, etil asetat p.a (merck), heksana p.a (merck), eter p.a (merck), dan kloroform p.a (merck) sebagai eluen untuk uji kemurnian hasil reaksi dengan metode kromatografi lapis tipis (TLC). Disamping itu, pada penelitian ini juga menggunakan es untuk mengatur suhu reaksi agar tetap konstan.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.2. Variabel Penelitian

Variabel tetap : jumlah asetofenon dan vanilin, konsentrasi NaOH

Variabel bebas : tekanan

Variabel yang dikendalikan : waktu reaksi dan suhu reaksi

Variabel yang diukur : jumlah produk

3.3. Cara kerja

3.3.1. Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon

Vanilin 2,5 g ($1,643.10^{-2}$ mol) dilarutkan dalam 15 mL etanol 96 %. Pelarutan dilakukan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin, pengaduk magnetik dan termometer. Setelah vanilin larut kemudian ditambah 1,98 mL ($1,643.10^{-2}$ mol) asetofenon dan 10 mL NaOH 60 %. Campuran dipanaskan pada suhu 60 ^{0}C selama 3 jam, kemudian didinginkan pada suhu kamar. Campuran kemudian diasamkan dengan HCl 10 % hingga pH = 1. Padatan yang terbentuk dipisahkan dengan cara dekantasi. Setelah kering, padatan ditimbang, ditentukan titik lelehnya dan dianalisis dengan Kromatografi Lapis Tipis (TLC) serta spektrofotometer UV-VIS.

3.3.2. Optimasi Waktu Reaksi pada Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon

Vanilin 2,5 g ($1,643.10^{-2}$ mol) dilarutkan dalam 15 mL etanol 96 %. Pelarutan dilakukan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin,

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

pengaduk magnetik dan termometer. Setelah vanilin larut kemudian ditambah 1,98 mL ($1,643.10^{-2}$ mol) asetofenon dan 10 mL NaOH 60 %. Campuran dipanaskan pada suhu 60 ^{0}C selama 3 jam, kemudian didinginkan pada suhu kamar. Campuran yang telah dingin kemudian diekstraksi dengan 15 mL metilen klorida dan 15 mL akuades. Fraksi akuades kemudian diasamkan dengan HCl 10 % hingga pH = 1. Kemudian dilakukan ekstraksi kembali dengan pelarut yang sama. Fraksi metilen klorida dipisahkan, pelarutnya diuapkan. Padatan yang terbentuk dikeringkan dalam desikator. Setelah kering, padatan ditimbang dan ditentukan titik lelehnya. Perlakuan yang sama diulangi dengan variasi waktu pemanasan 4, 5, 6, 7 dan 8 jam. Padatan hasil optimasi kemudian dianalisis dengan Kromatografi Lapis Tipis (TLC), spektrofotometer UV-VIS dan spektrofotometer IR. Padatan murni hasil optimasi kemudian dijadikan sebagai senyawa standar untuk analisis hasil reaksi pembentukan senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon yang dilakukan dengan variasi suhu.

3.3.3. Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan Variasi Suhu

Vanilin 0,5 g ($3,286.10^{-3}$ mol) dilarutkan dalam 4 mL etanol 96 %. Pelarutan dilakukan dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin, pengaduk magnetik dan termometer. Setelah vanilin larut kemudian ditambah 0,4 mL ($3,286.10^{-3}$ mol) asetofenon dan 2 mL NaOH 60 %. Campuran dipanaskan pada suhu 60 ^{0}C selama 1,5 jam. Setelah dingin, campuran diasamkan dengan HCl 10 % hingga pH = 1. Campuran dilarutkan dalam metanol dan dianalisis dengan spektrofotometer UV-VIS. Perlakuan yang sama diulangi dengan variasi

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

suhu 30, 40, 50, 70 dan 80 ^{0}C. Absorbansi senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon yang terdapat dalam campuran kemudian diukur dan diintrapolasikan ke kurva standar senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)