

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini, sukrosa direaksikan dengan campuran fosfor merah dan iodine, dari reaksi tersebut diharapkan akan terbentuk senyawa organoiodium.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu set alat refluks untuk melangsungkan reaksi kimia. Alat refluks ini terdiri dari sebuah labu alas bulat dan kondensor bola produksi Quickfit, England. Corong pisah untuk memisahkan campuran produk, produksi Pyrex. Pemanas dilengkapi pengaduk magnet produksi Stuart Scientific, UK. Penguap putar R-114 produksi Buchi, Switzerland untuk memekatkan produk yang didapat, serta spektrofotometer IR produksi Shimadzu untuk menguji produk akhir dan reaktan.

3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi kristal sukrosa p.a. sebagai material awal. Fosfor merah p.a., kristal iodine p.a. yang masing-masing merupakan produksi Merck, Jerman. *n*-Heksan untuk mengekstraksi produk yang didapat, *n*-butanol, larutan asam asetat sebagai pengembang untuk KLT dan plat KLT F₆₀ yang didapatkan dari laboratorium Kimia Organik, UNDIP.

3.2. Cara Kerja

Sebanyak 20 gram sukrosa dilarutkan dalam 50 mL aquades dan dimasukkan dalam labu leher tiga 250 mL. Fosfor merah sebanyak 0,585 gram ditambahkan ke dalam labu. Selanjutnya ditambahkan 5,78 gram iodin sedikit demi sedikit. Campuran dibiarkan selama ± 10 menit. Kemudian campuran dipanaskan dengan suhu 98°C selama 15 menit. Hasil refluks didinginkan pada suhu kamar, kemudian diekstraksi dengan *n*-heksan 50 mL. Fraksi *n*-heksan dipisahkan dari fraksi air. Fraksi *n*-heksan dipekatkan dengan penguap putar vakum. Residu di KLT dengan menggunakan pengembang butanol-air (BA) dengan perbandingan 6 : 4. Kemudian dilakukan KLT preparatif dan diekstraksi menggunakan pelarut *n*-heksan, untuk selanjutnya dianalisa dengan FTIR.

Fraksi air diuji menggunakan KLT dengan pengembang butanol-asam asetat-air (BAA) dengan perbandingan 4 : 1 : 5^[14], kemudian dilakukan KLT preparatif dan diekstraksi menggunakan pelarut metanol, untuk selanjutnya dianalisa dengan FTIR.