

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Penelitian ini digunakan satu set alat refluks yang terdiri dari labu leher tiga alas bulat 250 mL merk Quickfit England, kondensor bola dengan panjang 30 cm merk Quickfit England, pemanas yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik produksi UK yang dilengkapi dengan statif untuk melangsungkan reaksi; corong pisah 100 mL merk pirex untuk memisahkan fasa air dan fasa organik dengan cara ekstraksi; penguap berputar R-114 Buchi produksi Switzerland untuk menguapkan pelarut organik; plat KLT F₂₄₅ untuk mendapatkan noda senyawa; spektrofotometer FTIR dengan daerah 500 – 4000 cm⁻¹ untuk menganalisa produk akhir dan reaktan.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi Glukosa p.a. produksi Merck, Germany sebagai bahan awal; Iodin kristal p.a produksi Merck, Germany yang digunakan untuk mensubstitusi gugus OH dari glukosa; Aquabidest produksi PT. Ikapharmindo Putramas, Jakarta, Indonesia sebagai media reaksi; *n*-heksan didapat dari laboratorium Kimia Organik digunakan untuk mengekstraksi produk; *n*-butanol didapatkan dari laboratorium Biokimia; asam asetat didapatkan dari laboratorium Kimia Organik, keduanya digunakan untuk KLT, metanol didapatkan dari laboratorium Kimia Organik untuk mengekstraksi produk fraksi air.

3.2. Cara Kerja

Glukosa 20 gram dilarutkan dalam 50 mL air. Setelah larutan homogen kemudian ditambahkan fosfor merah sebanyak 0,7 gram sambil diaduk dengan pengaduk magnet dan kemudian ditambahkan 7 gram Iodin sambil diaduk selama ± 15 menit. Setelah waktu tersebut, baru dipanaskan hingga mendidih sambil diaduk. Setelah selesai pemanasan, didiamkan sampai dingin pada suhu kamar. Campuran tersebut kemudian diekstraksi dengan menggunakan *n*-heksan dalam corong pisah. Lapisan organik yaitu lapisan *n*-heksan kemudian dipekatkan dengan menggunakan penguap berputar. Residu di KLT dengan menggunakan *n*-butanol, asam asetat, air, B : A : A = 4 : 1: 5. Noda tunggal yang diperoleh kemudian dikerok kemudian diekstraksi dengan menggunakan *n*-heksan untuk fraksi *n*-heksan, sedangkan dalam fraksi air diekstraksi dengan metanol selanjutnya masing-masing fraksi dianalisis dengan Spektrofotometer FTIR.

