

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

- Alat-alat gelas
- Alat penentu titik leleh merk Fischer-John
- Evaporator putar Buchi
- Satu set alat destilasi
- Pemanas yang dilengkapi pengaduk magnet
- Spektrofotometer UV tipe Milton Roy Spectronic 3000 array
- Spektrofotometer IR tipe Shimadzu FTIR 8201 PC
- GC-MS QP 5000 Shimadzu
- Spektrometer H-RMI Hitachi FT-RMI R=1900

3.1.2. Bahan

- Asam klorida (32 %)
- Asam sulfamat
- Akuades
- Karbon aktif
- Metanol p.a

- Natrium hidroksida (48 %)
- Plat TLC GF254
- Sikloheksilamin p.a
- Minyak silikon
- Toluena

3.2. Metode Kerja

Tahap-tahap yang dilakukan dalam penelitian adalah sebagai berikut:

1. Pembuatan natrium siklamat di Laboratorium Riset Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang.
2. Analisa produk reaksi dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UNDIP, Laboratorium Instrumen Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA UGM Yogyakarta, dan Laboratorium Dasar Bersama Fakultas Farmasi UNAIR Surabaya.

3.2.1. Pembuatan Natrium Siklamat

Sebanyak 35,56 mL sikloheksilamin (50 %) direaksikan dengan 30 g asam sulfamat pada temperatur 28 °C, pada pH= 9. Kemudian hasil reaksi diuapkan dengan rotary evaporator vakum sampai kental. Residu yang dihasilkan ditambah sikloheksilamin (100 %) 60 mL (1,67 mol) dan temperatur dinaikkan sampai 100 °C selama 15 menit. Selanjutnya ditambah dengan 25 mL toluena dan didestilasi, residu

yang dihasilkan sebagian diuji titik lelehnya dan dianalisa strukturnya dengan spektrofotometer UV, IR, MS, dan H-RMI.

Residu yang tidak dianalisa ditambah natrium hidroksida sampai pH 13 kemudian dimurnikan dengan destilasi dan ditambah minyak silikon, residu yang dihasilkan dinetralkan dengan asam klorida. Karbon aktif ditambahkan untuk penjernihan selanjutnya disaring dan dikristalkan. Kristal yang diperoleh diuji titik lelehnya dan dianalisa dengan spektrofotometer UV, IR, H-RMI, dan analisa organoleptik.

3.2.2. Analisa Produk

3.2.2.1. Analisa spektroskopi Ultra violet

Sejumlah cuplikan senyawa antara dan natrium siklamat dimasukkan ke dalam metanol, kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan disinari UV. Spektrum yang dihasilkan menunjukkan panjang gelombang maksimum yang diserap oleh senyawa yang dianalisa.

3.2.2.2. Analisa spektroskopi Infra merah

Kristal dari senyawa antara dan natrium siklamat dianalisa dengan spektrometer infra merah dengan menggunakan pelet KBr. Sampel sebanyak 1 mg dibuat menjadi pelet dengan 1000 mg KBr kemudian dimasukkan ke dalam alat.

3.2.2.3. Analisa spektroskopi Massa

Sejumlah kristal dari senyawa antara dilarutkan dalam metanol kemudian dimasukkan ke dalam spektrometer massa dengan alat injektor.

3.2.2.4. Analisa spektroskopi H-RMI

Sejumlah sampel senyawa antara dilarutkan dalam D_2O dan sejumlah sampel natrium siklamat dilarutkan dalam CD_3OD kemudian dimasukkan dalam spektrometer H-RMI.

