

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan sejak bulan Februari sampai dengan bulan Juni 2010 di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material, Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung dan Laboratorium NMR Pusat Lembaga Ilmiah Penelitian Indonesia (LIPI) Serpong.

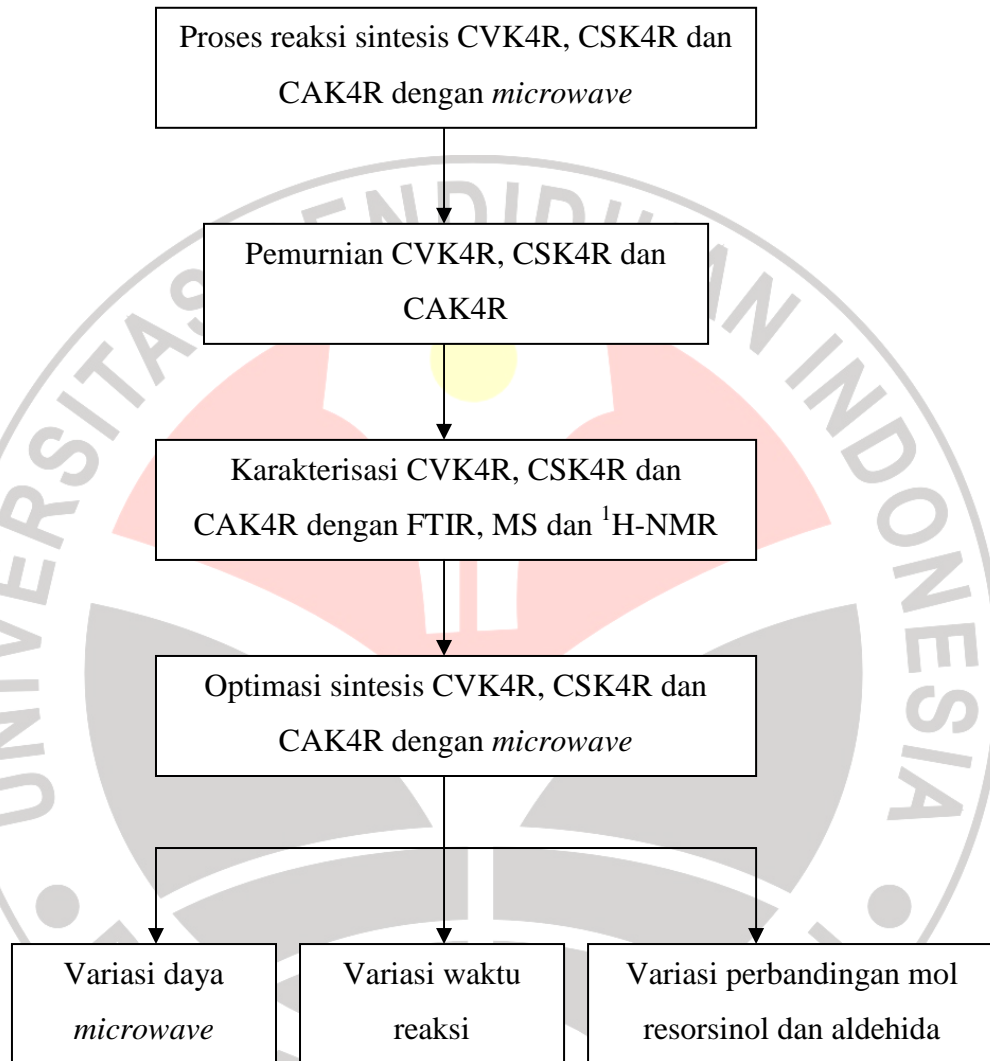
3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia, kaca arloji, spatula, gelas ukur, *magnetic stirrer*, pemanas listrik, *microwave* Sharp dan Electrolux, neraca analitik, batang pengaduk, kertas saring, corong Buchner, labu Erlenmeyer berpenghisap, botol vial, pompa vakum, oven (Mettler), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Shimadzu 8400, *Mass Spectroscopy* (MS) Waters LCT Premier X6 dan *Proton-Nuclear Magnetic Resonance* ($^1\text{H-NMR}$) JEOL ECA 500-500 MHz.

Adapun bahan-bahan yang digunakan adalah resorsinol, vanilin, sinamaldehida, anisaldehida, etanol teknis 70%, HCl pekat, aquades, metanol, asetonitril dan aseton.

3.3 Tahapan Penelitian

Bagan alir tahapan penelitian ditunjukkan oleh Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Tahap Sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena (CVK4R)

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan vanilin (0,76; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya 264 watt selama 5 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas. Sebelum dilakukan rekristalisasi, padatan CVK4R hasil reaksi dari *microwave* diuji jumlah komponennya dengan kromatografi lapis tipis (KLT).

3.4.2 Tahap Sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena (CSK4R)

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan sinamaldehida (0,66; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya 264 watt selama 5 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas. Sebelum dilakukan rekristalisasi, padatan CSK4R hasil reaksi dari *microwave* diuji jumlah komponennya dengan kromatografi lapis tipis (KLT).

3.4.3 Tahap Sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena (CAK4R)

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan anisaldehida (0,68; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya 264 watt selama 5

menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas. Sebelum dilakukan rekristalisasi, padatan CAK4R hasil reaksi dari *microwave* diuji jumlah komponennya dengan kromatografi lapis tipis (KLT).

3.4.4 Tahap Karakterisasi Struktur Kaliks[4]resorsinarena dari Vanilin, Sinamaldehida dan Anisaldehida

Karakterisasi struktur kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehida dan anisaldehida dilakukan dengan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Mass Spectroscopy* (MS) dan *Proton-Nuclear Magnetic Resonance* ($^1\text{H-NMR}$).

3.4.5 Tahap Optimasi Sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena (CVK4R)

3.4.5.1 Optimasi Sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena pada Variasi Daya *Microwave*

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan vanilin (0,76; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan variasi daya (182, 264, 332 dan 400 watt) selama 5 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.5.2 Optimasi Sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena pada Variasi Waktu Reaksi

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan vanilin (0,76; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya optimum yang diperoleh dari sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena sebelumnya selama 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.5.3 Optimasi Sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena pada Variasi Perbandingan Mol Resorsinol dan Vanilin

Mol resorsinol dibuat tetap (5 mmol), sedangkan mol vanilin divariasikan yaitu sebesar 5 ; 5,5 dan 6 mmol, sehingga perbandingan mol resorsinol dan vanilin yang digunakan menjadi 1 : 1 ; 1 : 1,1 dan 1 : 1,2.

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan vanilin (5; 5,5; dan 6 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya dan waktu reaksi optimum yang diperoleh dari sintesis C-vanilin kaliks[4]resorsinarena sebelumnya. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.6 Tahap Optimasi Sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena (CSK4R)

3.4.6.1 Optimasi Sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena pada Variasi

Daya Microwave

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan sinamaldehida (0,66; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan variasi daya (182, 264, 332 dan 400 watt) selama 5 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.6.2 Optimasi Sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena pada Variasi

Waktu Reaksi

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan sinamaldehida (0,66; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya optimum yang diperoleh dari sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena sebelumnya selama 4, 5, 6, 7 dan 8 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.6.3 Optimasi Sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena pada Variasi Perbandingan Mol Resorsinol dan Sinamaldehyda

Mol resorsinol dibuat tetap (5 mmol), sedangkan mol sinamaldehyda divariasikan yaitu sebesar 5 ; 5,5 dan 6 mmol, sehingga perbandingan mol resorsinol dan sinamaldehyda yang digunakan menjadi 1 : 1 ; 1 : 1,1 dan 1 : 1,2.

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan sinamaldehyda (5; 5,5; dan 6 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya dan waktu reaksi optimum yang diperoleh dari sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena sebelumnya. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.7 Tahap Optimasi Sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena (CAK4R)

3.4.7.1 Optimasi Sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena pada Variasi Daya

Microwave

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan anisaldehyda (0,68; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan variasi daya (182, 264, 332 dan 400 watt) selama 5 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.7.2 Optimasi Sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena pada Variasi Waktu

Reaksi

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan anisaldehyda (0,68; 5 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya optimum yang diperoleh dari sintesis C-sinamal kaliks[4]resorsinarena sebelumnya selama 4, 5, 6, 7 dan 8 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.4.7.3 Optimasi Sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena pada Variasi

Perbandingan Mol Resorsinol dan Anisaldehyda

Mol resorsinol dibuat tetap (5 mmol), sedangkan mol anisaldehyda divariasikan yaitu sebesar 5 ; 5,5 dan 6 mmol, sehingga perbandingan mol resorsinol dan anisaldehyda yang digunakan menjadi 1 : 1 ; 1 : 1,1 dan 1 : 1,2.

Ke dalam gelas kimia 600 mL berisi larutan resorsinol (0,55 g; 5 mmol) dan anisaldehyda (5; 5,5; dan 6 mmol) dalam 50 mL etanol, ditambahkan 0,5 mL HCl pekat. Campuran distirrer pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya dan waktu reaksi optimum yang diperoleh dari sintesis C-anisal kaliks[4]resorsinarena sebelumnya. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol panas.

3.5 Teknik Pengolahan Data

3.5.1 Tahap Sintesis dan Optimasi Kondisi Sintesis CVK4R, CSK4R dan CAK4R

CVK4R, CSK4R dan CAK4R yang telah disintesis dihitung persentase hasilnya dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ hasil} = \frac{m_{\text{percobaan}}}{m_{\text{teoritis}}} \times 100\%$$

Keterangan :

$m_{\text{percobaan}}$ = massa CVK4R, CSK4R atau CAK4R hasil percobaan

m_{teoritis} = massa CVK4R, CSK4R atau CAK4R hasil perhitungan teoritis

Kondisi optimum sintesis CVK4R, CSK4R dan CAK4R pada variasi daya *microwave*, waktu reaksi dan perbandingan mol resorsinol dan aldehida, ditentukan dari persentase hasil (sebelum rekristalisasi) yang paling besar.

Optimasi pertama yang dilakukan yaitu pada variasi daya *microwave*. Daya *microwave* yang digunakan antara lain 182, 264, 332 dan 400 watt. Setelah didapat daya *microwave* optimum, selanjutnya daya *microwave* optimum tersebut digunakan untuk optimasi sintesis pada variasi waktu reaksi. Waktu reaksi yang digunakan antara lain 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 menit. Setelah didapat waktu reaksi optimum pada daya *microwave* optimum, selanjutnya daya *microwave* dan waktu reaksi optimum tersebut digunakan untuk optimasi sintesis pada perbandingan mol resorsinol dan aldehida. Perbandingan mol resorsinol dan aldehida yang digunakan antara lain, 1 : 1 ; 1 : 1,1 dan 1 : 1,2.

3.5.2 Tahap Analisis dan Karakterisasi

Hasil sintesis kaliks[4]resorsinarena dari vanilin, sinamaldehyda dan sinamaldehyda dikarakterisasi gugus fungsinya dengan spektrofotometer IR, dianalisis massa molekulnya (Mr) dengan spektrofotometer massa (MS) dan dilanjutkan dengan analisis $^1\text{H-NMR}$ untuk meramalkan struktur dari senyawa kaliks[4]resorsinarena yang dihasilkan.

