

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan selama 4 bulan, terhitung dari bulan Februari sampai dengan Juni 2011 di Laboratorium Riset dan Laboratorium Kimia Organik dan Bioikimia Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia.

Pengujian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung dan Laboratorium Analisis Kimia Pusat Penelitian Kimia - Lembaga Ilmiah Penelitian Indonesia (LIPI) Serpong.

#### 3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan untuk keperluan sintesis pada penelitian ini adalah oven *microwave* Electrolux EMM-2007X, set alat refluks, gelas kimia 250 mL Duran dan Pyrex, gelas ukur 10 mL dan *magnetic stirrer*. Adapun alat-alat yang digunakan untuk keperluan pemurnian dan kromatografi adalah gelas kimia, spatula, batang pengaduk, corong kaca, corong Buchner, labu Erlenmeyer berpenghisap, kertas saring, pH indikator *universal*, pemanas listrik, pompa vakum, *chromatography chamber*, oven Memmert dan neraca analitik.

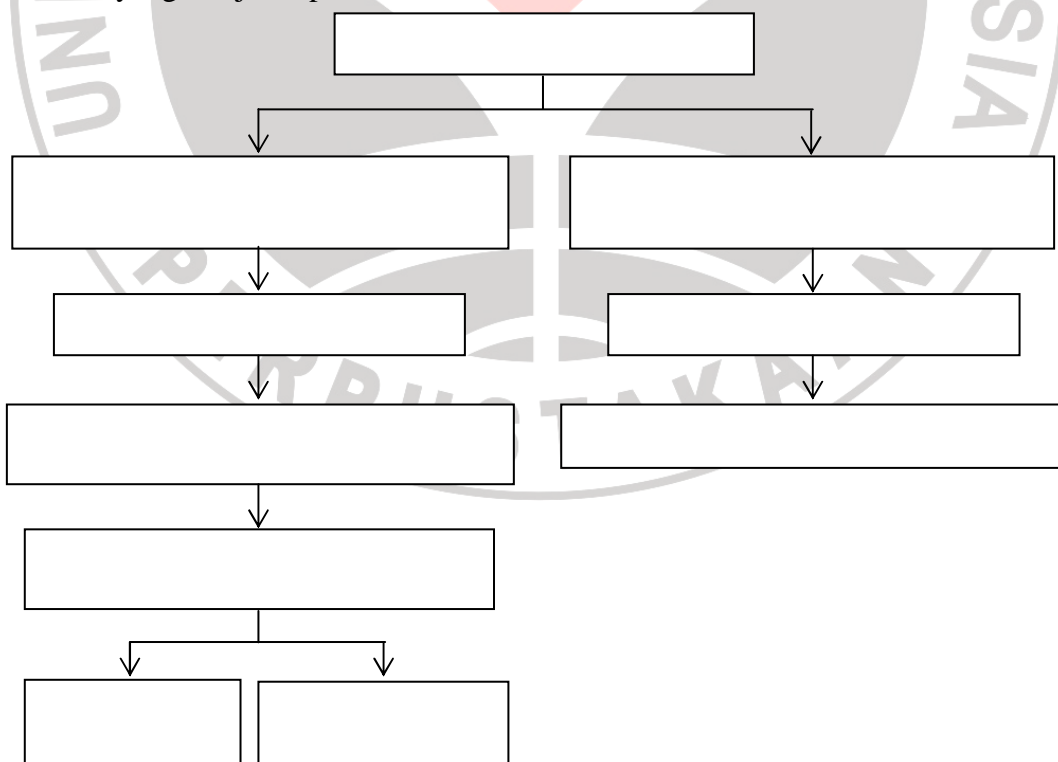
Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi produk sintesis adalah *melting point apparatus*, *Ultraviolet-Visible Spectrofotometer* Shimadzu UVmini-

1240v, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu 8400, *Mass Spectrometry* (MS) Waters LCT Premier X6, *Proton Nuclear Magnetic Resonance* ( $^1\text{H-NMR}$ ) dan *Carbon Nuclear Magnetic Resonance* ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) JEOL ECA 500-500 MHz serta DTG-60 Shimadzu.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah resorsinol (Merck), 7-hidroksisitroneal FCC  $\geq$  95% (Aldrich),  $\text{CD}_3\text{OD}$ , asam *p*-toluensulfonat *pro analysis* (Merck), etanol teknis 70%, aquades, metanol, asetonitril, aseton, etil asetat, n-heksan dan pelat kromatografi lapis tipis silika-alumina.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Secara keseluruhan, penelitian ini dilaksanakan melalui tahapan-tahapan berikut, yang disajikan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Sintesis C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptilkaliks[4]resorsinarena (CDHHK4R) Menggunakan Radiasi Gelombang Mikro

Ke dalam gelas kimia berisi larutan resorsinol (0,330 gram; 3 mmol) dan 7-hidroksisitronelal (0,516 gram; 3 mmol) dalam 4 mL etanol, ditambahkan asam *p*-toluensulfonat (0,008 gram, 1%). 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. Sebelum dilakukan rekristalisasi, dilakukan monitoring reaksi dengan kromatografi lapis tipis (KLT) terhadap padatan CDHHK4R yang dihasilkan.

#### 3.4.2 Sintesis C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptilkaliks[4]resorsinarena (CDHHK4R) Menggunakan Metode Pemanasan Konvensional

Ke dalam gelas labu dasar bulat berisi larutan resorsinol (0,330 gram; 3 mmol) dan 7-hidroksisitronelal (0,516 gram; 3 mmol) dalam 40 mL etanol, ditambahkan 5 mL asam klorida pekat. Campuran direfluks disertai proses *stirring* selama 20 jam pada suhu 76°C. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol. Sebelum dilakukan rekristalisasi, dilakukan monitoring reaksi dengan kromatografi lapis tipis (KLT) terhadap padatan CDHHK4R yang dihasilkan.

#### 3.4.3 Karakterisasi C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptilkaliks[4]resorsinarena (CDHHK4R)

Karakterisasi sifat fisik C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptilkaliks[4]resorsinarena dari 7-hidroksisitronelal dilakukan dengan uji titik leleh CDHHK4R

menggunakan *melting point apparatus*, sedangkan karakterisasi struktur kimia CDHKK4R dilakukan dengan menggunakan analisis *Ultraviolet Visible Spectroscopy* (UV-Vis), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Mass Spectroscopy* (MS), *Proton-Nuclear Magnetic Resonance* ( $^1\text{H-NMR}$ ), *Carbon-Nuclear Magnetic Resonance* ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) dan *Thermal Gravimetric-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA).

#### **3.4.4 Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptil kaliks[4]resorsinarena (CDHKK4R) Menggunakan Radiasi Gelombang Mikro**

##### **3.4.4.1 Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptil kaliks[4]resorsinarena (CDHKK4R) dengan Variasi Waktu Reaksi**

Ke dalam gelas kimia berisi larutan resorsinol (0,330 gram; 3 mmol) dan 7-hidroksisitronelel (0,516 gram; 3 mmol) dalam 4 mL etanol, ditambahkan asam *p*-toluensulfonat (0,008 gram, 1%). Campuran *distirrer* pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan daya 264 Watt selama 3, 4, 5, 6 dan 7 menit. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkristalisasi dengan metanol.

##### **3.4.4.2 Optimasi Kondisi Reaksi Sintesis C-3,7-dimetil-7-hidroksiheptil kaliks[4]resorsinarena (CDHKK4R) dengan Variasi Daya Oven Microwave**

Ke dalam gelas kimia berisi larutan resorsinol (0,330 gram; 3 mmol) dan 7-hidroksisitronelel (0,516 gram; 3 mmol) dalam 4 mL etanol, ditambahkan asam *p*-toluensulfonat (0,008 gram, 1%). Campuran *distirrer* pada suhu ruangan selama 5 menit. Campuran yang telah homogen dimasukkan ke dalam *microwave* dengan waktu reaksi optimal yang diperoleh dari sintesis CDHKK4R sebelumnya pada

daya 100, 182, 264, 332 dan 400 Watt. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades dan direkrystalisasi dengan metanol.

### 3.5 Teknik Pengolahan Data

Kaliks[4]resorsinarena yang telah disintesis dihitung persentase hasilnya dengan menggunakan rumus :

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

Di mana,  $m_{\text{percobaan}}$  adalah massa CDHKK4R hasil percobaan dan  $m_{\text{teoritis}}$  adalah massa CDHKK4R hasil perhitungan teoritis.

Kondisi optimal sintesis CDHKK4R dengan variasi waktu reaksi dan daya oven *microwave* yang digunakan, ditentukan dari presentasi hasil yang paling besar.

Optimasi pertama yang dilakukan yaitu pada variasi waktu reaksi. Waktu reaksi yang digunakan adalah 3, 4, 5, 6 dan 7 menit. Setelah didapat waktu reaksi optimal, selanjutnya waktu reaksi optimal tersebut digunakan untuk optimasi reaksi sintesis dengan variasi daya oven *microwave*. Daya oven *microwave* yang digunakan antara lain 100, 182, 264, 332 dan 400 Watt. Waktu reaksi dan daya oven *microwave* optimal yang diperoleh merupakan kondisi reaksi optimal sintesis CDHKK4R dari 7-hidroksisitronelel.

Untuk mengetahui seberapa "green" reaksi sintesis CDHKK4R menggunakan radiasi gelombang mikro, maka diperlukan suatu kalkulasi parameter akseptabilitas lingkungan (E), ekonomi atom (EA), efisiensi atom, efisiensi massa ( $e_s$ ) dan efisiensi energi listrik ( $e_g$  listrik) dengan persamaan berikut.

$$E = \frac{\text{total limbah dan produk-produk yang tidak diinginkan (kg)}}{\text{massa produk (kg)}}$$

$$EA = \frac{\text{jumlah massa atom pada produk (gr/mol)}}{\text{jumlah massa atom-atom pada seluruh pereaksi (gr/mol)}} \times 100\%$$

$$\text{Efisiensi atom} = \frac{\% \text{ hasil} \times \% \text{ EA}}{100\%}$$

$$e_s = \frac{\text{massa produk mumi (gram)}}{\text{jumlah massa seluruh pereaksi (gram)}} \times 100\%$$

$$e_{\text{listrik}} = \frac{\text{massa produk mumi (gram)}}{\text{jumlah energi listrik yang digunakan (joule)}} \times 100\%$$

### 3.6 Analisis Data

Hasil sintesis kaliks[4]resorsinarena dari 7-hidroksisitronelal mula-mula diukur titik lelehnya, dikarakterisasi dengan analisis spektroskopi UV-Vis, diidentifikasi gugus fungsinya dengan analisis spektroskopi IR, dianalisis massa molekul relatifnya ( $M_r$ ) menggunakan instrumen spektrometer massa (MS) dan dilanjutkan dengan analisis  $^1\text{H-NMR}$  dan  $^{13}\text{C-NMR}$  untuk meramalkan struktur dari senyawa kaliks[4]resorsinarena yang terbentuk serta dianalisis kestabilan termalnya menggunakan TG-DTA.