

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan meliputi set alat refluks, neraca analitik, termometer, corong pisah, pipet, penangas minyak, peralatan gelas, *magnetic stirrer*, *hotplate*. Pada tahap analisis produk digunakan instrument seperti kromatografi gas (GC) dan chromatography-mass spectrometry (GC-MS).

3.1.2 Bahan

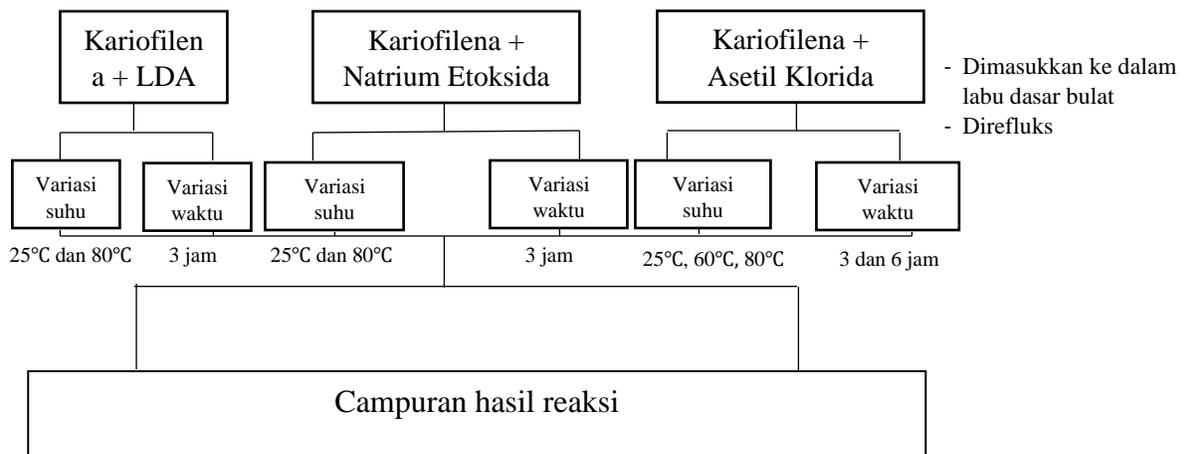
Bahan yang digunakan di antaranya kariofilen, litium diisopropilamid (LDA), logam natrium, etanol, aseti klorida, larutan KOH, dan aquades.

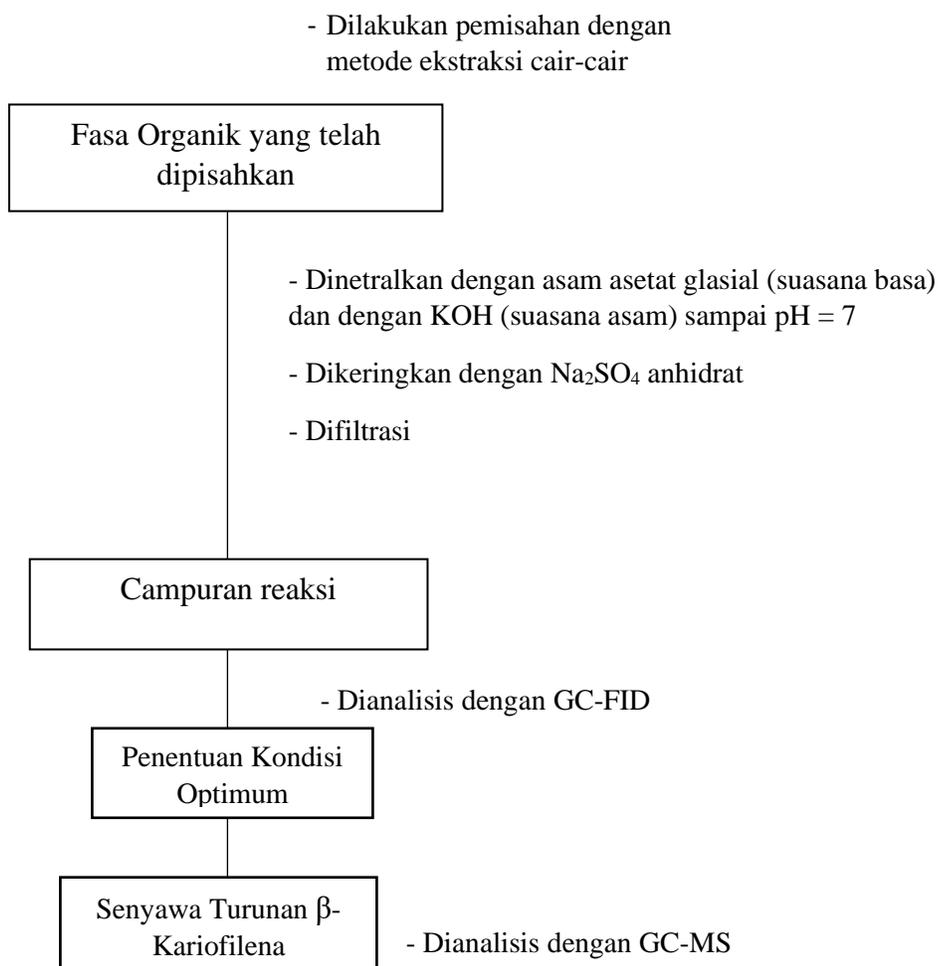
3.2 Tempat Pelaksanaan Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Hayati, Prodi Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, Jawa Barat, Indonesia.

3.3 Bagan Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui dua tahap, tahap pertama yaitu sintesis turunan kariofilen dengan metode refluks dan tahap kedua adalah analisis hasil sintesis turunan kariofilen dengan menggunakan instrumen GC dan GC-MS.





Gambar 3. 1 Bagan alir

3.4 Prosedur Percobaan

3.4.1 Reaksi Penataanulang β -Kariofilena dengan Natrium Etoksida

Natrium, etanol, dan β -kariofilena ditambahkan ke dalam labu dasar bulat yang dilengkapi dengan kondensor dan termometer. Kariofilen yang ditambahkan sebanyak 4 mL, logam Na yang ditambahkan 1,15 g, dan etanol yang ditambahkan 12,15 mL. Campuran natrium, etanol, dan β -kariofilena direfluks di atas penangas minyak pada suhu 80°C sampai natrium benar-benar larut. Setelah direfluks, campuran reaksi ditambahkan aquades lalu dilakukan pemisahan dengan ekstraksi cair-cair. Fasa organik dipisahkan kemudian dianalisis menggunakan kromatografi gas (GC).

3.4.2 Reaksi Penataanulang β -Kariofilena dengan Litium Diisopropilamid

B-Kariofilena dan litium diisopropilamida (LDA) direaksikan di dalam labu dasar bulat berleher tiga yang telah dilengkapi termometer. β -Kariofilena yang ditambahkan sebanyak 4 mL, LDA yang ditambahkan 1 mL dan 6 mL. Campuran diaduk di atas penangas minyak selama 3 jam di suhu ruang dan 80°C. Setelah reaksi selesai, campuran dinetralkan dengan penambahan asam asetat glasial lalu dipisahkan fasa organik menggunakan ekstraksi cair-cair kemudian dianalisis menggunakan kromatografi gas (GC).

3.4.3 Reaksi β -Kariofilena dengan Asetil Klorida

β -Kariofilena dan asetil klorida direaksikan di dalam labu dasar bulat berleher tiga yang telah dilengkapi termometer. β -Kariofilena yang ditambahkan sebanyak 4 mL, asetil klorida yang ditambahkan sebanyak 0,34 mL. Campuran diaduk di atas penangas minyak selama 3-6 jam di suhu ruang, 60°C, dan 80°C. Setelah reaksi selesai, campuran dinetralkan dengan penambahan KOH lalu dipisahkan fasa organiknya menggunakan ekstraksi cair-cair kemudian dianalisis menggunakan kromatografi gas (GC) dan GC-MS.