

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dibagi menjadi tahap sintesis dan karakterisasi. Sintesis senyawa turunan β -kariofilena dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia UPI, sedangkan karakterisasi dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen (LKI), Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia (FPMIPA UPI).

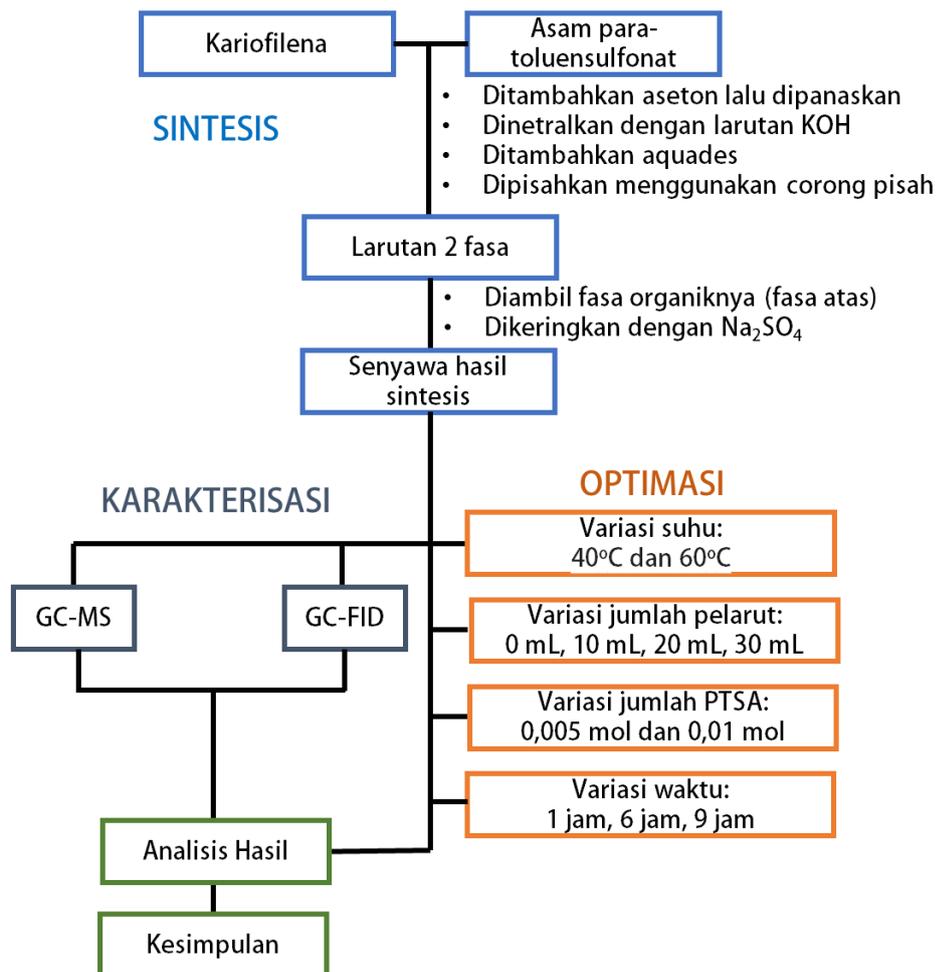
3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi pipet ukur, set alat refluks, beberapa peralatan gelas seperti penangas air, batang pengaduk, spatula, corong pisah, corong kaca, labu erlenmeyer, botol vial, neraca analitik, *magnetic stirrer*, dan set alat distilasi sederhana. Pada tahap analisis hasil digunakan alat-alat instrumen seperti *Gas Chromatography* (GC) Shimadzu QP 2010 (Detektor FID, kolom. DB5, panjang 30 m, dan diameter 0,25 mm), *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) Shimadzu QP 2010 SE (kolom RT-X 5 MS, panjang 30 meter, dan diameter 0,25 mm)

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu β -kariofilena dengan kemurnian 94%, padatan asam para toluenasulfonat (p-TsOH), aseton, larutan KOH 10%, Na₂SO₄ anhidrat, aquades, kertas saring, pH indikator universal.

3.3. Desain Penelitian

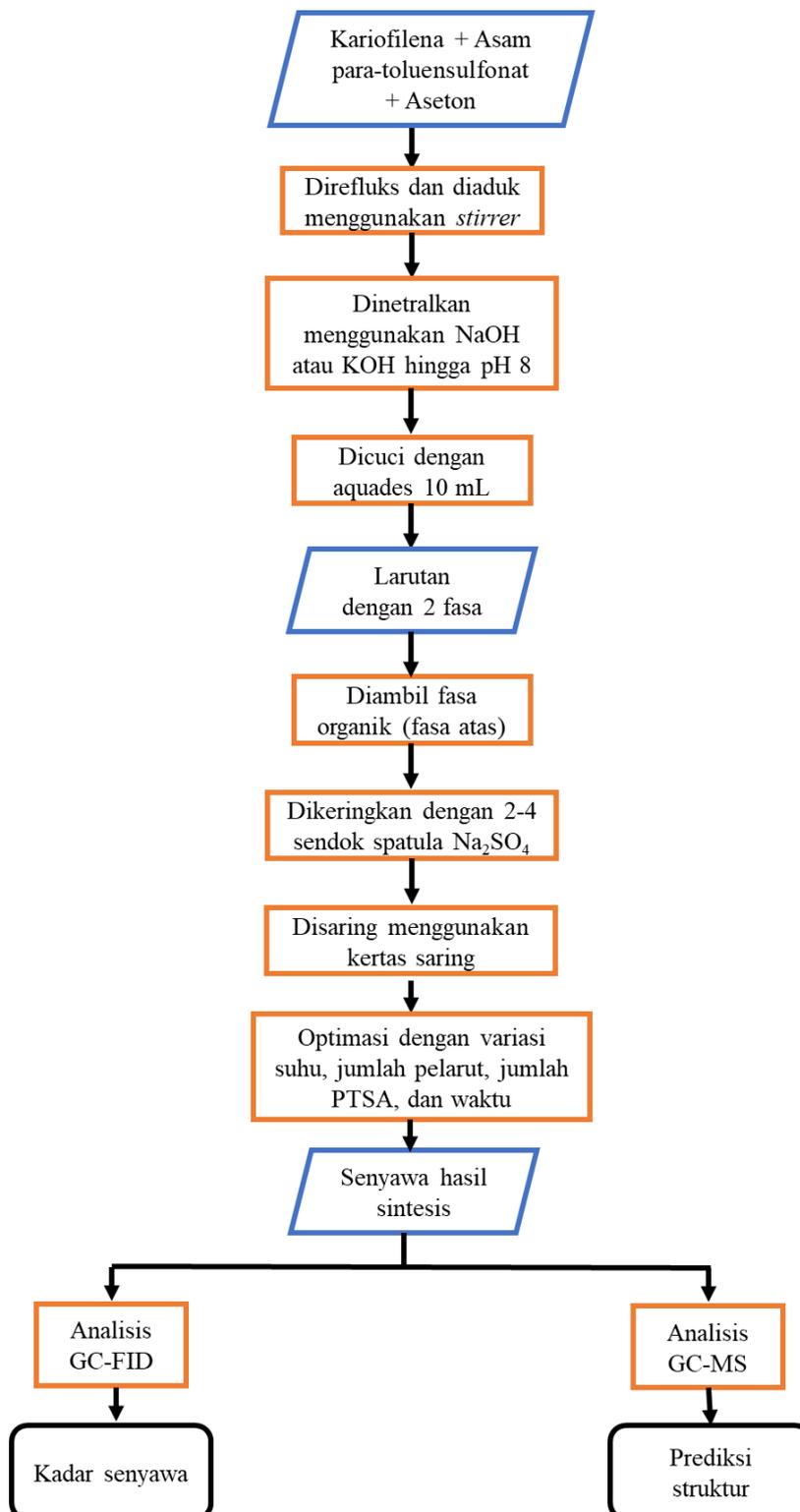
Secara umum penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan yang disajikan pada **Gambar 3.1**



Gambar 3.1 Desain Penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

Penelitian ini mencakup dua langkah utama, yaitu sintesis dan karakterisasi. Tahap sintesis pada penelitian ini dilakukan dengan empat variabel percobaan, yaitu suhu, jumlah pelarut, jumlah PTSA, dan waktu. Adapun untuk proses karakterisasi dilakukan melalui analisis menggunakan instrumen GC-FID dan GC-MS. Bagan alir penelitian keseluruhan tersedia pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.2 Bagan Alir Penelitian

3.4.1 Sintesis Senyawa Turunan β -Kariofilena

β -kariofilena 0,05 mol dengan para-toluenasulfonat 0,01 mol dimasukkan ke dalam labu dasar bulat, lalu dilakukan refluks sambil diaduk menggunakan *stirrer* pada suhu 40°C selama 1 jam menggunakan penangas air. Campuran hasil refluks didinginkan dan dinetralkan dengan menggunakan KOH 10% secara bertahap sampai pH 8, deteksi pH dilakukan dengan indikator universal. Senyawa yang sudah dinetralkan lalu dicuci dengan aquades 5 mL sehingga membentuk dua lapisan. Fasa organik pada lapisan atas corong pisah diambil, lalu dipindahkan ke Erlenmeyer dan dikeringkan menggunakan Na₂SO₄ anhidrat 2-4 sendok spatula. Saat air sudah terikat dengan Na₂SO₄, senyawa disaring menggunakan kertas saring lalu dipindahkan ke botol vial untuk kemudian dianalisis.

Sintesis senyawa turunan β -kariofilena selanjutnya dilakukan kembali untuk menentukan kondisi reaksi yang tepat dengan produk hasil sintesis terbanyak. Penentuan kondisi optimum dilakukan dengan optimasi suhu reaksi, jumlah pelarut, jumlah katalis. Variasi suhu dilakukan pada 40°C dan 60°C. Variasi jumlah pelarut dilakukan dengan tanpa pelarut, 10 mL, 20 mL, dan 30 mL. Variasi waktu reaksi dilakukan selama 1 jam, 6 jam, dan 9 jam. Variasi katalis dilakukan dengan jumlah 0,005 mol dan 0,01 mol.

3.4.2 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

Produk hasil dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas (GC) dengan detektor FID. Kromatogram GC dapat diamati untuk melihat kemungkinan banyaknya senyawa yang terkandung dalam sampel. Kondisi analisis GC: suhu injektor 250°C, suhu detektor 250°C, suhu kolom awal 130°C, langsung dinaikkan suhunya 4°C per menit sampai suhu 250°C.

Analisis GC-MS dilakukan untuk menentukan jumlah senyawa secara kuantitatif dan menganalisis senyawa apa yang dihasilkan pada sintesis. Kondisi analisis GC-MS: suhu injektor 280°C dengan menggunakan injeksi mode split, suhu

detektor 300°C, suhu kolom awal 70°C, langsung dinaikkan suhunya secara bertahap 8°C per menit sampai 270°C.