

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Sampel dan Lokasi Penelitian

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah kayu akar nangka (*Artocarpus heterophyllus*). Sampel tersebut diperoleh dari daerah Garut, Jawa Barat.

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material dan Hayati serta Laboratorium Kimia Instrumen Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2 Alat dan bahan penelitian

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi alat-alat gelas, maserator, penguap putar bervakum (*vaccum rotatory evaporator*), pompa vakum, corong *Buchner*, set alat destilasi, set alat kromatografi vakum cair dengan ukuran kolom diameter 7 cm dan 5 cm, *freeze dryer*, Spektrometer UV-Vis mini dan NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) Agilent 500 MHz.

3.2.2 Bahan

Pada penelitian ini, bahan utama yang digunakan adalah kayu akar *Artocarpus heterophyllus*. Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini terdiri bahan teknis. Bahan dengan kualitas teknis didestilasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Bahan-bahan yang digunakan adalah metanol, heksan, etil asetat, aseton, diklorometan, *silica gel 60 GF₂₄₅ for TLC*, *silica gel 60 230-400 mesh for CC*, aquades dan kertas saring.

3.3 Metodologi Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan. Tahapan tersebut yaitu :

1. Penyiapan sampel
2. Ekstraksi dan fraksinasi
3. Pemisahan dan pemurnian
4. Karakterisasi dengan metode spektroskopi

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini ditunjukkan pada bagan alir penelitian (Gambar 3.1). Uraian dari masing-masing pekerjaan yang dilakukan adalah sebagai berikut :

3.3.1 Penyiapan Sampel Tumbuhan

Tahapan awal penelitian dimulai dari pengambilan sampel kayu akar nangka dari daerah Garut, Jawa Barat. Kayu akar nangka yang akan digunakan dikeringkan dengan bantuan sinar matahari sampai kering. Sampel yang telah kering kemudian dibentuk menjadi serbuk dengan cara digiling. Proses ini dilakukan di Balai Besar Kertas dan Pupl. Kemudian serbuk kayu akar nangka yang diperoleh ditimbang untuk mengetahui berat kayu akar nangka yang telah dikeringkan dan diserbukan.

3.3.2 Proses Ekstraksi dan Fraksinasi

Serbuk kayu akar nangka diekstraksi menggunakan pelarut metanol. Teknik ekstraksi yang digunakan ialah ekstraksi cair-padat dengan metode maserasi. Sampel direndam dalam pelarut metanol selama 72 jam. Setiap 24 jam pelarut yang digunakan harus diganti dengan pelarut yang baru.

Ekstrak hasil maserasi kemudian disaring menggunakan corong *buchner*. Seluruh filtrat hasil penyaringan dipekatkan hingga jumlah seluruh filtratnya menjadi 500 mL. Proses pemekatan filtrat menggunakan *rotary evaporator* dalam keadaan vakum.

Ekstrak metanol yang telah dipekatkan difraksinasi berturut-turut dengan heksan (3 x 50 mL) setiap kali ekstraksi, etil asetat (3 x 50 mL)

setiap kali ekstraksi, sehingga diperoleh fraksi heksan, etil asetat dan metanol sisa. Fraksi heksan dan etil asetat yang diperoleh kemudian dipekatkan dengan cara penguapan menggunakan alat *rotary evaporator*, sehingga diperoleh massa dari masing-masing fraksi.

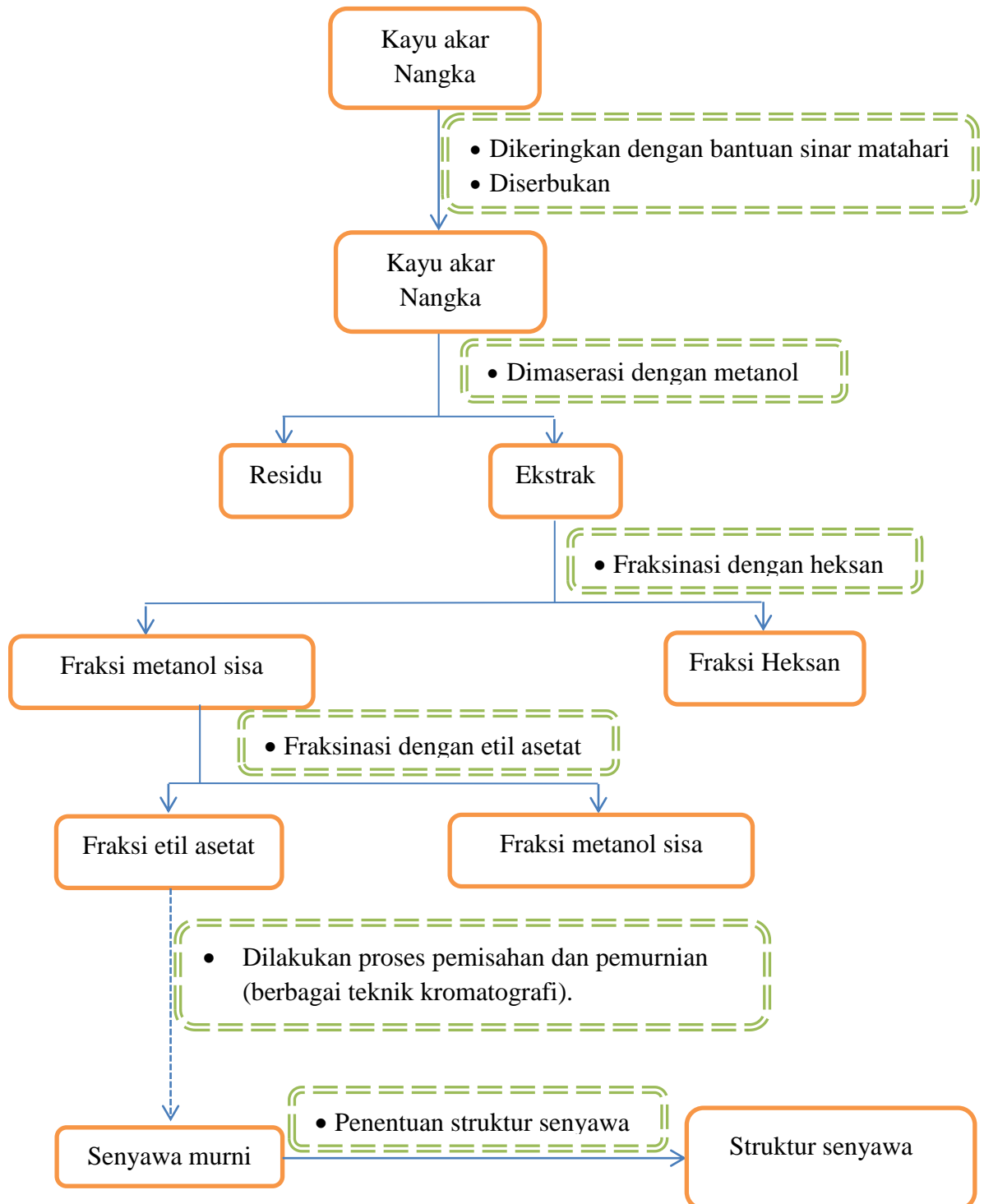
3.3.3 Pemisahan dan Pemurnian

Pemisahan dan pemurnian senyawa dalam penelitian ini dilakukan melalui dua tahap yaitu kromatografi cair vakum dengan kolom 7 cm dan kromatografi cair vakum dengan kolom 5 cm. Sebelum dilakukan proses pemisahan dilakukan terlebih dahulu kromatografi lapis tipis untuk menentukan eluen yang tepat.

3.3.4 Penentuan Karakterisasi Senyawa dalam Fraksi

Pada penentuan karakterisasi senyawa, digunakan beberapa cara yaitu pengukuran dengan menggunakan spektrometri UV-Vis dan pengukuran NMR. Pada pengukuran spektrometri UV-Vis, sampel fraksi dilarutkan dalam metanol. Sampel kemudian *discaning* menggunakan spektrometri UV-Vis pada panjang gelombang 200-400 nm. Sampel yang telah diukur ditambahkan satu tetes NaOH yang kemudian *discaning* kembali menggunakan spektrometri UV-Vis pada panjang gelombang sama. Hasil dari pengukuran ini diperoleh data mengenai keberadaan gugus kromofor pada suatu senyawa.

Pengukuran NMR menggunakan pengukuran proton untuk mengetahui struktur senyawa dengan informasi posisi atom H (proton) yang terdapat dalam senyawa hasil isolasi. Sampel dilarutkan dengan suatu pelarut yang dapat melarutkan sampel dengan baik. Pelarut yang digunakan merupakan pelarut yang terdeneutrasi pada atom hidrogennya. Pengukuran dilakukan dengan cara memasukan sampel yang telah dilarutkan kedalam tabung khusus untuk pengukuran NMR, sampel yang telah ada di tabung dimasukan ke dalam alat NMR untuk diukur.



Gambar 3.1. Bagan Alir Penelitian