

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Sintesis, Jurusan Kimia FMIPA-UNRI selama lebih kurang sepuluh bulan.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan adalah: labu bulat, plat KLT GF₂₅₄, kertas saring, *Fisher Jonhs melting point apparatus*, pompa vakum, *magnetic stirrer*, hot plate, neraca analitik, corong buchner, bejana KLT, lampu UV, incubator, autoclave, cawan petri, 1 set alat destilasi, spektrofotometer infra merah, spektrofotometer NMR proton dan karbon serta alat gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia.

3.2.2 Bahan-bahan yang digunakan

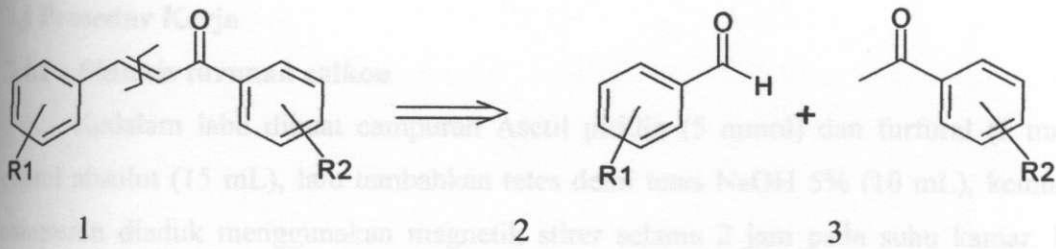
Bahan-bahan yang digunakan adalah: 2 metil piridin keton (Merck), 3 metil piridin keton (Merck), 4 metil piridin keton (Merck), furfural (Merck), tionilklorida, NB (Nutrient Broth), NA (Nutrient Agar) n-heksan, diklorometan, etilasetat dan metanol.

3.2.3 Mikroorganisme yang digunakan

Mikroba yang digunakan adalah bakteri *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis*, dan *Staphylococcus aureus*. Mikroba yang digunakan diperoleh dari koleksi Laboratorium Mikrobiologi Jurusan Biologi ITB Bandung.

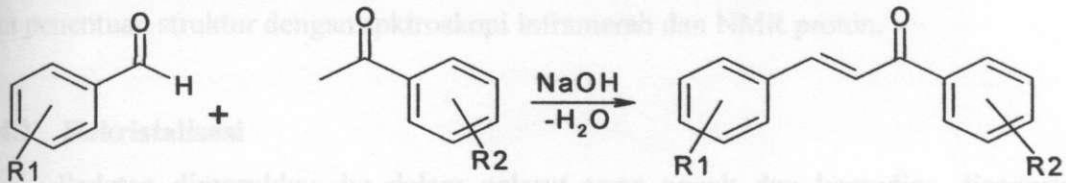
3.3 Rancangan Percobaan

Untuk mendapatkan senyawa calkon (1), maka pendekatan sintetik yang diusulkan pada penelitian ini adalah didasarkan pada kondensasi antara aldehida (2) dengan keton (3), seperti yang terlihat pada skema retro sintetik di bawah ini:



Gambar 2. Skema pendekatan retro sintetik dari calcon

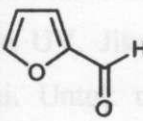
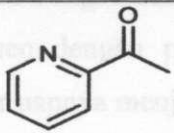
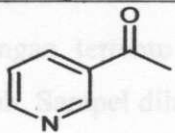
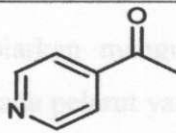
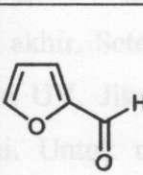
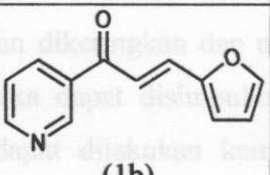
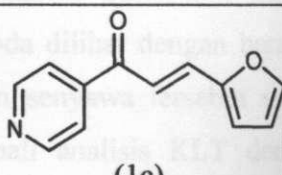
Sintesis senyawa turunan calcon didapatkan melalui kondensasi aldol dengan menggunakan senyawa awal turunan benzaldehid 2 dan turunan asetofenon 3 dengan menggunakan katalis basa (NaOH) seperti terlihat pada skema reaksi berikut:



Gambar 3. Skema reaksi kondensasi aldol untuk mendapatkan calcon

Penelitian ini menggunakan pendekatan kimia kombinatorial yaitu memproduksi sejumlah senyawa secara bersamaan dengan menggunakan senyawa awal furural dan turunan keton (2-metil piridin keton, 3-metil piridin keton, dan 4-metil piridin keton). Berbagai kemungkinan produk reaksi dapat dilihat pada tabel berikut:

Table 1. Perpustakaan molekul kombinatorial hipotetik

 (1)	 (a)	 (b)	 (c)
 (1a)	 (1b)	 (1c)	

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis turunan calkon

Kedalam labu dibuat campuran Asetil piridin (5 mmol) dan furfural (5 mmol) etanol absolut (15 mL), lalu tambahkan tetes demi tetes NaOH 5% (10 mL), kemudian campuran diaduk menggunakan magnetik stirer selama 2 jam pada suhu kamar. Lalu biarkan selama 12 jam. Setelah 12 jam campuran diendapkan dengan penambahan air (15 mL), kemudian dinetralkan dengan HCl dan disaring, hasilnya dicuci dengan etanol dingin dan diperoleh senyawa target.

Selanjutnya produk yang diperoleh diuji kemurniannya dengan KLT dan titik leleh dan penentuan struktur dengan spektroskopi inframerah dan NMR proton.

3.4.2 Rekristalisasi

Padatan dimasukkan ke dalam pelarut yang cocok dan kemudian dipanaskan sampai padatannya larut. Saring dan filtrat yang didapatkan dipanaskan kembali sampai pelarutnya berkurang dan menjadi jenuh yang ditandai dengan larutan yang keruh. Dinginkan sampai tidak terbentuk lagi padatan dan saring dengan menggunakan corong buchner lalu diuji kemurniannya

3.4.3 Uji kemurnian dengan KLT

Disiapkan eluen dengan perbandingan tertentu dan dibiarkan menguap pada chamber tertutup agar uapnya menjadi jenuh. Sampel dilarutkan pada pelarut yang sesuai dan ditotolkan dengan menggunakan pipa kapiler pada jarak 1 cm dari tepi bawah plat silika gel GF₂₅₄. Plat dimasukkan ke dalam chamber dan dibiarkan eluen naik sampai garis akhir. Setelah itu plat diangkat dan dikeringkan dan noda dilihat dengan bantuan lampu UV. Jika nodanya ada satu maka dapat disimpulkan senyawa tersebut sudah murni. Untuk memastikannya dapat dilakukan kembali analisis KLT dengan perbandingan eluen yang berbeda.

3.4.6. Analisis Data

Hasil pengukuran dari spektrum ¹H NMR dan IR diterjemahkan sehingga dapat diketahui struktur dari senyawa yang disintesis. Untuk uji antibakteri dari senyawa yang didapat dinyatakan positif menghambat pertumbuhan bakteri jika terbentuk zona bening.

