

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

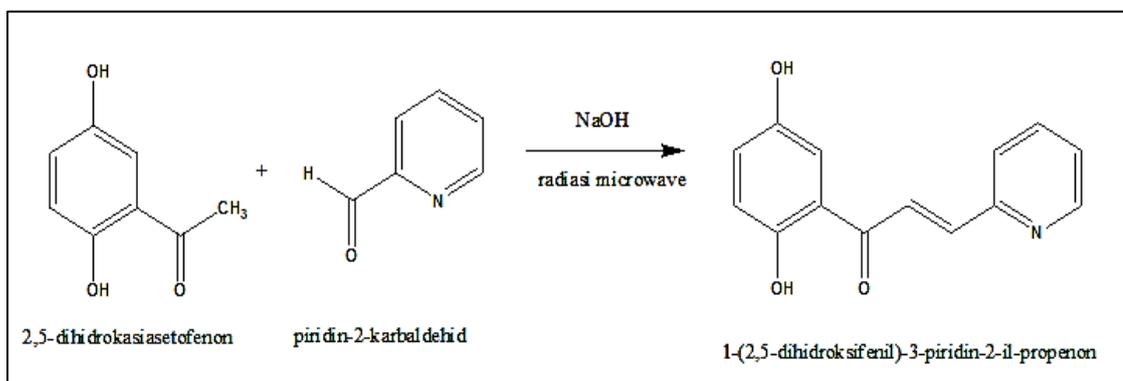
#### A. Sintesis 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon

Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon disintesis dengan cara mencampurkan senyawa 2,5-dihidroksiasetofenon, piridin-2-karbaldehid dan katalis NaOH tanpa pelarut menggunakan bantuan radiasi *microwave*. Metode radiasi dipilih karena reaksi lebih singkat, mudah penanganannya dan tanpa pelarut (Ravichandran & Karthikeyan, 2011). Metode radiasi *microwave* juga lebih *eco-friendly*, ekonomis, dan menunjukkan hasil produk yang lebih bersih serta rendemen yang didapat lebih besar dibandingkan dengan menggunakan metode konvensional (Jayapal & Sheerda, 2010; Ravichandran & Karthikeyan, 2011). Penggunaan NaOH sebagai katalis didasari dari penelitian senyawa kalkon sebelumnya yang dapat menghasilkan rendemen tinggi (Utami, 2007; Alarcón, *et al.*, 2013; Suriarta, 2016).

Sintesis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon di mulai dengan menimbang senyawa 2,5-dihidroksiasetofenon sebanyak 0,152 gram (0,001 mol), piridin-2-karbaldehid sebanyak 100  $\mu$ l (0,001 mol) dan katalis NaOH sebanyak 0,04 gram (0,001 mol). Setelah itu masukkan senyawa 2,5-dihidroksiasetofenon ke dalam mortir lalu tambahkan katalis NaOH, aduk homogen selanjutnya tambahkan piridin-2-karbaldehid dan aduk kembali hingga homogen. Penambahan katalis ini bertujuan untuk mempercepat reaksi.

Berikutnya, masukkan mortir kedalam *microwave* yang sudah di setting selama 4 menit dengan *power* sebesar 140 watt, keluarkan mortir jika sudah selesai, tunggu hingga dingin. Jika sudah dingin, triturasi senyawa dengan meneteskan etanol secara merata untuk menghilangkan *starting material* 2,5-dihidroksiasetofenon dan masukkan aquadest secukupnya untuk menghilangkan senyawa piridin-2-karbaldehid dan NaOH, selanjutnya lakukan penyaringan dengan kertas saring dan akan didapatkan senyawa berwarna merah tua. Setelah mengering, padatan merah tua direkristalisasi dengan etanol dan akan menghasilkan kristal berwarna merah. Rekristalisasi dilakukan agar senyawa terbebas dari pengotor ataupun senyawa pengganggu lainnya, pemilihan etanol sebagai pelarut dalam proses ini dikarenakan kemampuan etanol dalam melarutkan senyawa target, dalam prinsipnya pelarut yang digunakan untuk rekristalisasi harus mampu melarutkan senyawa hasil sintesis dan bersifat inert.

Reaksi pembentukan senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)propenon dibentuk dari 2,5-dihidroksiasetofenon dan piridin-2-karbaldehid dengan katalis NaOH menggunakan metode radiasi *microwave*, reaksi pembentukan senyawa ini dapat dilihat pada gambar 6.



**Gambar 6.** Pembentukan Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)propenon dengan katalis NaOH.

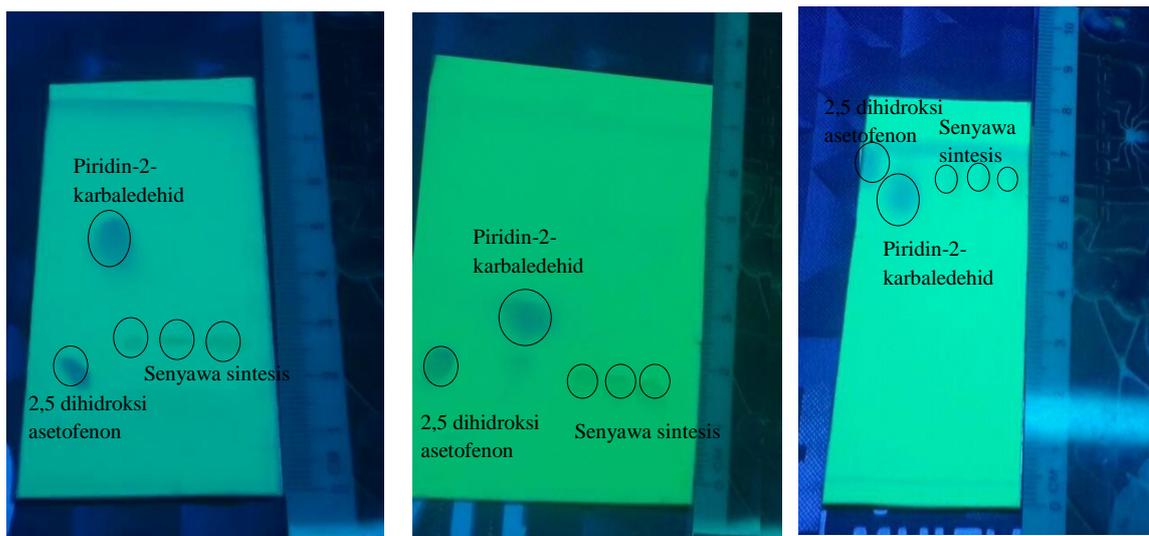
## B. Analisis Kemurnian Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis

Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon selanjutnya di uji kemurniannya secara kualitatif dengan metode KLT menggunakan fase diam silika gel 60 F<sub>254</sub> (panjang 8 cm dan lebar 4 cm serta jarak atas dan bawah masing-masing 1 cm), silika gel 60 F<sub>254</sub> mengandung lapisan halus gipsum di tambah dengan bahan yang berflouresensi pada panjang gelombang 254 nm. Fase gerak yang digunakan disesuaikan dengan penelitian yang dilakukan oleh Wibowo yaitu kloroform; hexana : etanol (10 : 1); hexana : etanol (1 : 2). Silika gel 60 F<sub>254</sub> merupakan fase diam yang bersifat polar dan fase gerak yang digunakan dalam pengujian ini bersifat non polar (klorofom dan hexana : etanol (10 : 1)) sehingga senyawa yang kurang polar akan terbawa oleh fase gerak dan senyawa polar akan tertahan pada fase diam dibawah sinar UV 254 nm. Hasil analisis kualitatif sintesis senyawa 1-(2,5 dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)-propenon dengan berbagai variasi katalis NaOH, *power* radiasi *mircowave* dan waku reaksi dapat dilihat pada tabel 2.

Menurut Rohman (2010) parameter yang digunakan untuk identifikasi senyawa baku pada KLT adalah nilai R<sub>f</sub> dan dua senyawa dapat dikatakan identik apabila memiliki nilai R<sub>f</sub> yang sama jika diukur dalam KLT yang sama. Hasil uji senyawa hasil sintesis yang dianalisi dengan fase gerak kloroform; hexana : etanol (10 : 1); hexana : etanol (1 : 2) secara berurutan menunjukkan nilai R<sub>f</sub> sebesar 0,25; 0,116; 0,883 (lihat tabel 2), nilai yang didapat tidak jauh berbeda dari penelitian yang di lakukan Wibowo (2013) yaitu 0,25; 0,125; 0,875. Visualisasi hasil KLT bisa dilihat pada gambar 7.

**Tabel 2.** Hasil Rf Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon.

Parameter	Replikasi	Kloroform	Hexana : Etanol (10 : 1)	Hexana : Etanol ( 1 : 2)
Katalis 0,00025 mol	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Katalis 0,0005 mol	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Katalis 0,00075 mol	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Katalis 0,001 mol	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Katalis 0,00125 mol	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
<i>Power Mircowave</i> 140 W	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
<i>Power Mircowave</i> 280 W	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
<i>Power Mircowave</i> 420 W	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Waktu reaksi 2 menit	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Waktu reaksi 4 menit	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Waktu reaksi 6 menit	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883
Waktu reaksi 8 menit	1	0,25	0,116	0,883
	2	0,25	0,116	0,883
	3	0,25	0,116	0,883



(a)

(b)

(c)

**Gambar 7.** Uji Kemurnian dengan KLT. Fase gerak Kloroform (a); Hexana : Etanol (10:1) (b); Hexana : Etanol (1:2) (c).

### C. Analisis Kemurnian Menggunakan Titik Lebur

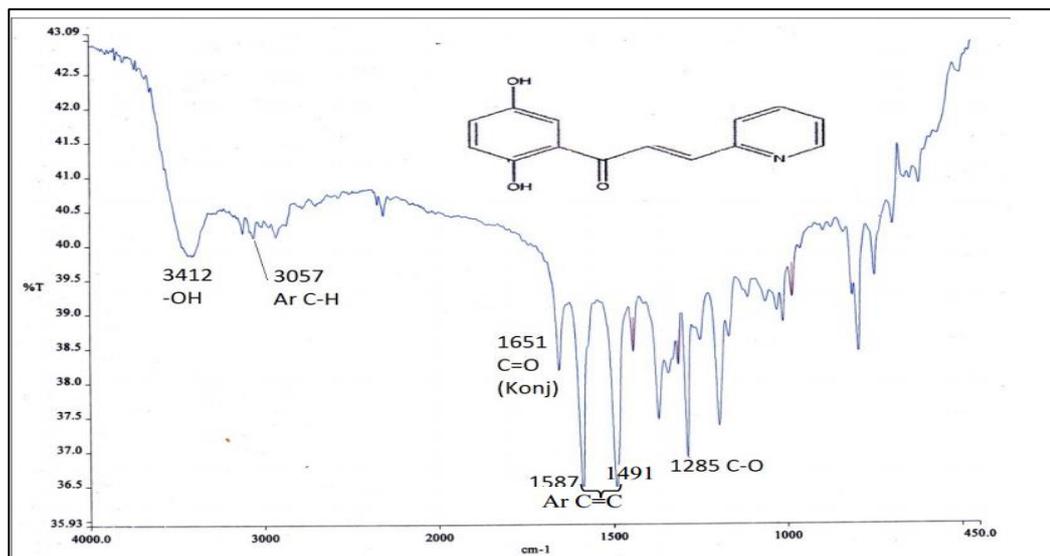
Titik lebur senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon adalah sebesar  $190,1^{\circ}\text{C}$ , titik lebur ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Wibowo (2013) sehingga senyawa yang disintesis dapat dikatakan murni, selain itu senyawa dapat di katakan murni jika memiliki titik lebur yang tajam dandan jarak leburnya tidak melebihi  $0,5-1^{\circ}\text{C}$ . Hasil titik lebur senyawa target dapat dilihat pada tabel 3.

**Tabel 3.** Hasil Titik Lebur Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)propenon.

<b>Parameter</b>	<b>Replikasi</b>	<b>Titik Lebur (°C)</b>
Katalis 0,00025 mol	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Katalis 0,0005 mol	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Katalis 0,00075 mol	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Katalis 0,001 mol	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Katalis 0,00125 mol	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
<i>Power Microwave</i> 140 W	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
<i>Power Microwave</i> 280 W	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
<i>Power Microwave</i> 420 W	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Waktu reaksi 2 menit	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Waktu reaksi 4 menit	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Waktu reaksi 6 menit	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1
Waktu reaksi 8 menit	1	190,1
	2	190,1
	3	190,1

#### D. Analisis Spektrum IR

Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon mempunyai cincin aromatik (fenil dan piridil) yang dihubungkan satu sama lain dengan karbonil terkonjugasi  $\alpha,\beta$ . Senyawa tersebut juga mempunyai gugus hidroksil (OH) yang terikat pada cincin fenil pada posisi 2 dan 5. Spektrum IR senyawa hasil sintesis memperlihatkan pita absorpsi OH yang lebar pada bilangan gelombang 3412  $\text{cm}^{-1}$ . Keberadaan gugus OH ini juga diperkuat dengan adanya pita C-O pada 1285  $\text{cm}^{-1}$ . Pita dengan intensitas lemah pada sekitar 3057  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur C-H aromatik maupun olefinik. Pita yang muncul pada 1651  $\text{cm}^{-1}$  sesuai dengan pita absorpsi karbonil keton terkonjugasi. Keton normal pada umumnya muncul pada 1715  $\text{cm}^{-1}$ , adanya konjugasi akan menggeser pita absorpsi karbonil keton tersebut ke bilangan gelombang yang lebih rendah. Pita yang muncul pada 1587 dan 1491  $\text{cm}^{-1}$  merupakan karakteristik dari vibrasi rentangan ikatan C=C aromatik. Data spektrum IR tersebut menunjukkan kesesuaian gugus fungsional yang dimiliki senyawa hasil sintesis dengan yang ada pada senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)-propenon (gambar 8).



Gambar 8. Spektrum IR Senyawa Target

### E. Pengaruh Massa Katalis NaOH Terhadap Rendemen

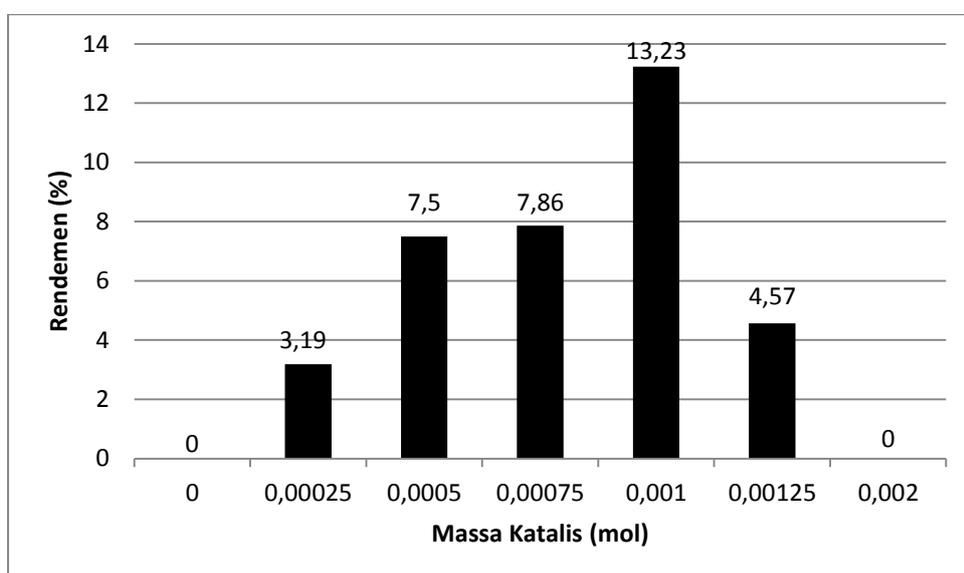
Katalis adalah substansi yang menambah kecepatan reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi (Chang, 2010). Optimasi Massa Katalis NaOH pada sintesis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon dilakukan dengan cara kerja yang sama tetapi dilakukan percobaan dengan berbagai variasi massa NaOH yaitu massa katalis NaOH yaitu sebesar 0,010 gram (0,00025 mol), 0,020 gram (0,0005 mol), 0,030 gram (0,00075 mol) 0,040 gram (0,001 mol), 0,050 gram (0,00125 mol) 0,080 gram (0,002 mol), dan tanpa katalis. Ekperimen dilakukan pada *power mircowave* 140 watt dan waktu reaksi selama 4 menit. Berikut data rendemen yang didapat dari eksperimen yang telah dilakukan dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

**Tabel 4. Data Nilai Rendemen Senyawa Sintesis pada Perbedaan Variasi Katalis**

<b>Katalis NaOH (mol)</b>	<i>Power mircowave</i> (watt)	Waktu reaksi (menit)	Rendemen (%)
<b>0</b>	140	4	0
<b>0,00025</b>	140	4	3,19
<b>0,0005</b>	140	4	7,5
<b>0,00075</b>	140	4	7,86
<b>0,001</b>	140	4	13,23
<b>0,00125</b>	140	4	4,57
<b>0,002</b>	140	4	0

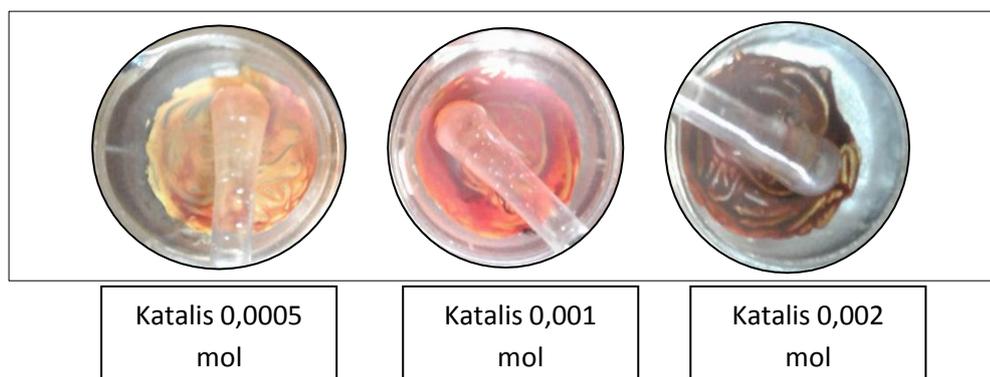
Peningkatan rendemen senyawa sintesis terjadi karena adanya penambahan katalis NaOH. Pada massa katalis sebesar 0,001 mol merupakan massa katalis yang menghasilkan rendemen terbesar, hal ini mungkin terjadi karena penambahan konsentrasi katalis akan mempercepat reaksi, kecepatan ini

akan meningkat sampai pada titik konsentrasi tertentu dimana reaksi tidak dapat menjadi lebih cepat lagi atau disebut konsentrasi optimum katalis (Chang, 2010). Sementara itu pada massa katalis sebesar 0,002 mol perubahan warna hitam pada senyawa atau terjadi dekomposisi. Hal ini di prediksi karena banyaknya terjadi tabrakan antar molekul sehingga menghasilkan suatu hasil pembakaran. Efek pengaruh katalis dengan rendemen senyawa dapat dilihat pada gambar 9.



**Gambar 9.** Pengaruh Massa Katalis terhadap Rendemen Senyawa

Dari gambar tersebut didapatkan katalis yang optimum terletak pada massa sebesar 0,001 mol, namun dengan terjadinya penambahan katalis yang melebihi konsentrasi optimum maka akan mengurangi jumlah rendemen senyawa, pada hal ini terjadi warna kehitaman atau dekomposisi pada senyawa, perbedaan warna yang dihasilkan dari setiap variasi katalis dapat dilihat pada gambar 10.



**Gambar 10.** Warna Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon dengan variasi perbandingan katalis.

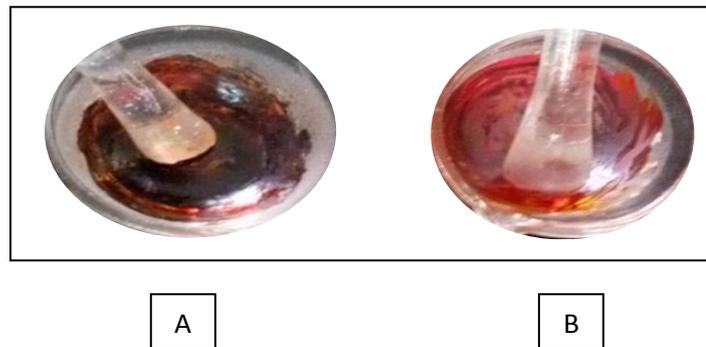
#### F. Pengaruh *Power Microwave* Terhadap Rendemen

Variasi *power microwave* untuk optimasi senyawa senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon adalah tanpa radiasi *microwave*, 140 watt, 280 watt, dan 420 watt. Percobaan ini dilakukan dengan cara kerja yang sama dan menggunakan massa katalis sebesar 0,040 gram (0,001 mol). Berikut data perbedaan rendemen senyawa target dari berbagai variasi *power microwave* dapat dilihat pada tabel 5.

**Tabel 5.** Data Nilai Rendemen Senyawa Sintesis pada Perbedaan Variasi *Power Microwave*.

Katalis NaOH (mol)	<i>Power microwave</i> (watt)	Waktu reaksi (menit)	Rendemen (%)
0,001	<b>0</b>	4	0
0,001	<b>140</b>	4	13,17
0,001	<b>280</b>	4	8,21
0,001	<b>420</b>	4	0

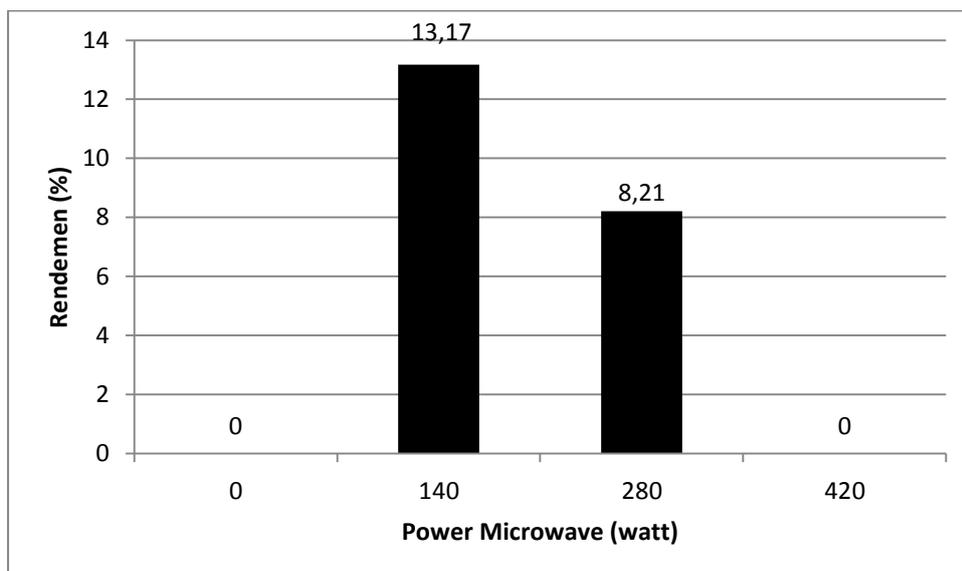
Dari data diatas didapatkan bahwa pada radiasi *power microwave* sebesar 420 watt senyawa menjadi kehitaman atau terdekomposisi sehingga tidak dapat menghasilkan senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon yang diinginkan, hal diduga terjadi karena *power microwave* yang terlalu tinggi/panas sehingga *starting material* yang memiliki titik lebur dibawah panas yang dihasilkan oleh *microwave* menjadi terdekomposisi . Senyawa yang baik pada saat dikeluarkan dari *microwave* akan berwarna merah kecoklatan.



**Gambar 11.** Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon A (gosong berwarna kehitaman) dan B (merah kecoklatan).

Penggunaan *microwave* dipilih karena *eco-friendly*, mudah penggunaannya dan reaksinya yang terbilang cepat dibanding metode konvensional. Rendemen yang diperoleh dari variasi *power microwave* ini berbeda-beda, setiap kenaikan *power microwave* menunjukkan penurunan rendemen yang dapat dilihat pada gambar 12. Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon yang disintesis tanpa *power microwave* (0) tidak menunjukkan hasil karena senyawa menjadi lembek dan mudah larut saat di saring menggunakan etanol sehingga tidak menyisakan senyawa pada kertas saring, hal ini mungkin terjadi karena diperlukannya panas dalam mensintesis

senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon sehingga tidak terbentuk senyawa yang diinginkan pada saat disintesis tanpa panas. Pada *power microwave* sebesar 140 watt terjadi peningkatan rendemen yang tinggi dan merupakan *power optimum* dalam sintesis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon sementara itu, terjadi penurunan nilai rendemen pada *power microwave* sebesar 280 dan terjadi dekomposisi saat di masukkan dalam *microwave* dengan *power* sebesar 420 watt. Perbedaan rendemen yang didapatkan dari perbedaan *power microwave* dapat disebabkan oleh tabrakan antara molekul ketika dipanaskan agar dapat bereaksi dan membentuk senyawa target, semakin banyak tabrakan antar molekul terjadi maka semakin cepat reaksi terjadi dan semakin banyak senyawa target yang dihasilkan, pada sintesis tanpa menggunakan panas *microwave* tidak terbentuk senyawa target karena tidak terjadi tabrakan antar molekul, saat terjadi pemanasan pada *power* 140 watt dapat ditemukan senyawa target dengan jumlah rendemen tertinggi dibandingkan pada *power* yang lebih tinggi. Efek dari *microwave* terhadap rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)-propenon dapat dilihat pada gambar 12.



**Gambar 12.** Pengaruh *Power Microwave* terhadap Rendemen

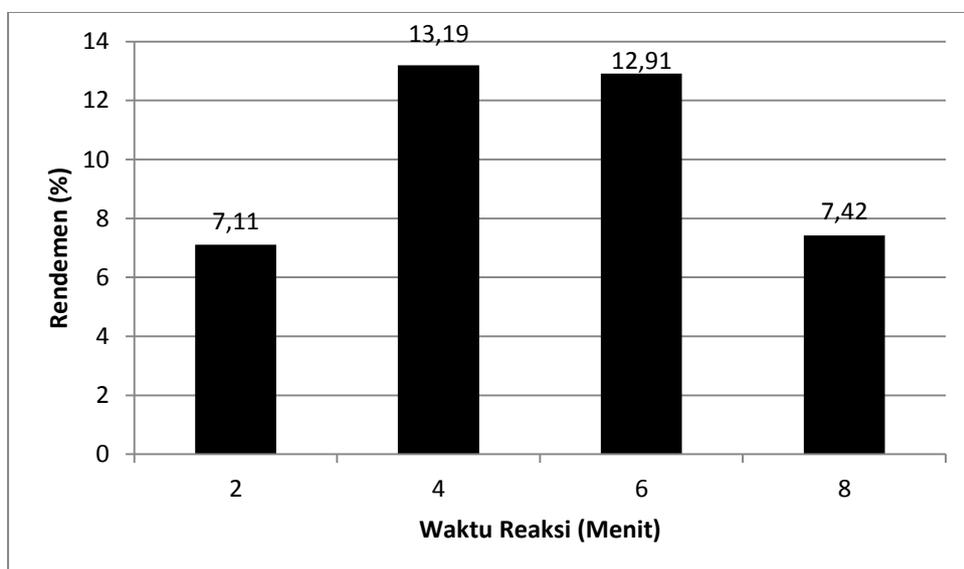
### G. Pengaruh Waktu reaksi Terhadap Rendemen

Variasi waktu reaksi pada optimasi senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)-propenon adalah 2 menit, 4 menit, 6 menit dan 8 menit. Eksperimen dilakukan dengan katalis NaOH sebesar 0,004 g (0,001 mol) dan *power* radiasi *microwave* sebesar 140 watt. Hasil yang didapat dari variasi waktu reaksi pada sintesis senyawa target dapat dilihat pada tabel 6.

**Tabel 6.** Data Nilai Rendemen Senyawa Sintesis pada Perbedaan Variasi Waktu Reaksi.

Katalis NaOH (mol)	<i>Power microwave</i> (watt)	Waktu reaksi (menit)	Rendemen (%)
0,001	140	2	7,11
0,001	140	4	13,19
0,001	140	6	12,91
0,001	140	8	7,42

Dari penelitian yang dilakukan didapat waktu reaksi yang optimum adalah selama 4 menit dengan rendemen sebesar 13,19%, perbedaan persentase rendemen pada senyawa target dikarenakan perbedaan interaksi antar molekul *starting material*, semakin cepat waktu reaksi dalam *microwave* maka tabrakan antar molekul agar dapat bereaksi menjadi senyawa target menjadi semakin sedikit, sebaliknya semakin lama waktu reaksi menyebabkan tabrakan molekul yang cepat sehingga rendemen menjadi tinggi karena banyaknya terbentuk senyawa target yang diinginkan, tetapi jika senyawa di reaksi pada lama yang terlalu lama akan menyebabkan hasil pembakaran dari senyawa target karena dipanaskan pada lama yang lama sehingga terjadi penurunan rendemen. Hasil pengaruh waktu reaksi pada rendemen senyawa dapat dilihat pada gambar 13.



**Gambar 13.** Pengaruh Waktu reaksi terhadap Rendemen

## H. Optimasi Menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM)

Uji analisis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon menggunakan perangkat lunak *Portable Statgraphics Centurion* 15.2.11.0 yang merupakan aplikasi *Response Surface Methodology* untuk mengetahui hubungan antara variabel *dependent* (Rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon sebagai Y) dan variabel *independent* (katalis, *power microwave* dan waktu reaksi sebagai X). *Screening* faktor-faktor *independent* yang mempengaruhi rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon dapat menggunakan Box-Behnken *design* dengan 3 faktor utama yaitu katalis, *power microwave* dan waktu reaksi. Faktor-faktor ini dapat dilihat pada tabel 7.

**Tabel 7.** Faktor Sintesis Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon

Faktor	Level		
	Low (-1)	Middle (0)	High (+1)
A: Katalis	0,00075	0,001	0,00125
B: <i>Power Microwave</i>	0	140	280
C: Waktu Reaksi	2	4	6

Setelah memasukkan nilai faktor dengan memilih Box Behnken *design* didapatkan *design* eksperimen sebanyak 15 percobaan untuk mendapatkan rendemen sintesis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon yang optimum (Lihat Tabel 8). 15 eksperimen ini merupakan kombinasi dari katalis, *power microwave* dan waktu reaksi.

**Tabel 8.** Box Behnken Matrix Design.

Eksperimen	Parameter Operasional		
	Katalis (mol)	<i>Power Microwave</i> (Watt)	Waktu reaksi (Menit)
1.	0,00125	140	6
2.	0,001	280	2
3.	0,00125	0	4
4.	0,001	140	4
5.	0,00125	280	4
6.	0,001	140	4
7.	0,00075	140	2
8.	0,00075	0	4
9.	0,00075	280	4
10.	0,00075	140	6
11.	0,001	140	4
12.	0,00125	140	2
13.	0,001	0	2
14.	0,001	280	6
15.	0,001	0	6

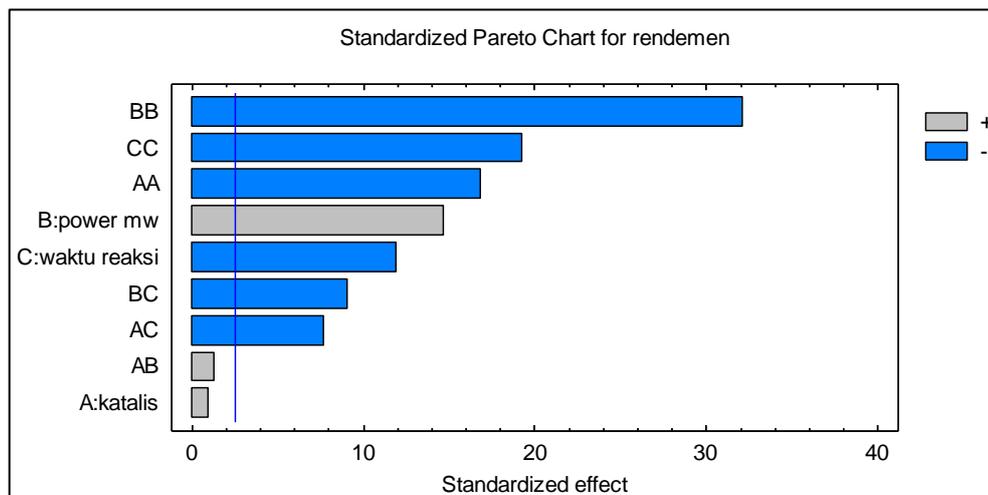
Dari 15 percobaan diatas maka didapatkan hasil analisa kuantitatif senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon dengan hasil rendemen yang dapat dilihat pada tabel 9.

**Tabel 9.** Hasil Sintesis Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon

Eksperimen	Parameter Operasional			Rendemen I (%)	Rendemen II (%)	Rata-rata (%)
	Katalis (mol)	Power <i>Mircowave</i> (Watt)	Waktu reaksi (Menit)			
1.	0,00125	140	6	1,96	2,04	2
2.	0,001	280	2	7,5	7,8	7,65
3.	0,00125	0	4	0	0	0
4.	0,001	140	4	13,18	13,2	13,19
5.	0,00125	280	4	5,52	5,42	5,47
6.	0,001	140	4	13,17	13,13	13,15
7.	0,00075	140	2	5,29	5,27	5,28
8.	0,00075	0	4	0	0	0
9.	0,00075	280	4	4,32	4,38	4,35
10.	0,00075	140	6	5,25	5,23	5,24
11.	0,001	140	4	13,15	13,19	13,17
12.	0,00125	140	2	8,56	8,51	8,54
13.	0,001	0	2	0	0	0
14.	0,001	280	6	0	0	0
15.	0,001	0	6	0	0	0

Berdasarkan hasil eksperimen yang dilakukan maka didapatkan persamaan untuk menghitung persentase hasil rendemen dari senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon yang dapat dilihat pada persamaan 2.

$$\begin{aligned} \% \text{ Rendemen} = & -84.56 + 130250 (\text{katalis}) + 0.135402 (\text{power mircowave}) + \\ & 11.7644 (\text{waktu reaksi}) - 5.89\text{E}7(\text{katalis})^2 + 8.0(\text{katalis}) (\text{power mircowave}) - \\ & 3250.0 (\text{katalis}) (\text{waktu reaksi}) - 0.000358865 (\text{power mircowave})^2 - 0.00683036 \\ & (\text{power mircowave}) (\text{waktu reaksi}) - 1.05594 (\text{waktu reaksi})^2 \dots\dots\dots(2) \end{aligned}$$



**Gambar 14.** Grafik Pareto Hasil Rendemen Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon

Pareto *Chart* adalah grafik yang menunjukkan efek standar interaksi dari parameter yang mempengaruhi rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon. Dari grafik ini (lihat gambar 14) didapatkan bahwa ada beberapa parameter operasional yang termasuk dalam faktor-faktor yang dapat mengurangi rendemen dari senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon, faktor yang paling signifikan dalam menurunkan rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon adalah interaksi dari efek kuadran dari *power microwave* (BB) > efek kuadran dari waktu reaksi (CC) > efek kuadran dari katalis (AA) > efek waktu reaksi tunggal (C) > interaksi dari *power microwave* dan waktu reaksi (BC) > interaksi dari katalis dan waktu reaksi (AC). Sementara itu, urutan faktor yang dapat meningkatkan rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon adalah faktor *power microwave* tunggal (B) > interaksi dari katalis dan *power microwave* (AB) > faktor katalis tunggal (A).

**Tabel 10.** Analisis ANOVA pada Sintesis Senyawa 1-(2,5dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:katalis	0.16245	1	0.16245	0.92	0.3817
B: <i>power microwave</i>	38.1501	1	38.1501	215.84	<b>0.0000</b>
C:waktu reaksi	25.3116	1	25.3116	143.20	<b>0.0001</b>
AA	50.0367	1	50.0367	283.08	<b>0.0000</b>
AB	0.3136	1	0.3136	1.77	0.2403
AC	10.5625	1	10.5625	59.76	<b>0.0006</b>
BB	182.672	1	182.672	1033.48	<b>0.0000</b>
BC	14.6306	1	14.6306	82.77	<b>0.0003</b>
CC	65.871	1	65.871	372.67	<b>0.0000</b>
Total error	0.883775	5	0.176755		
Total (corr.)	353.965	14			

*R-squared* = 99.7503 percent

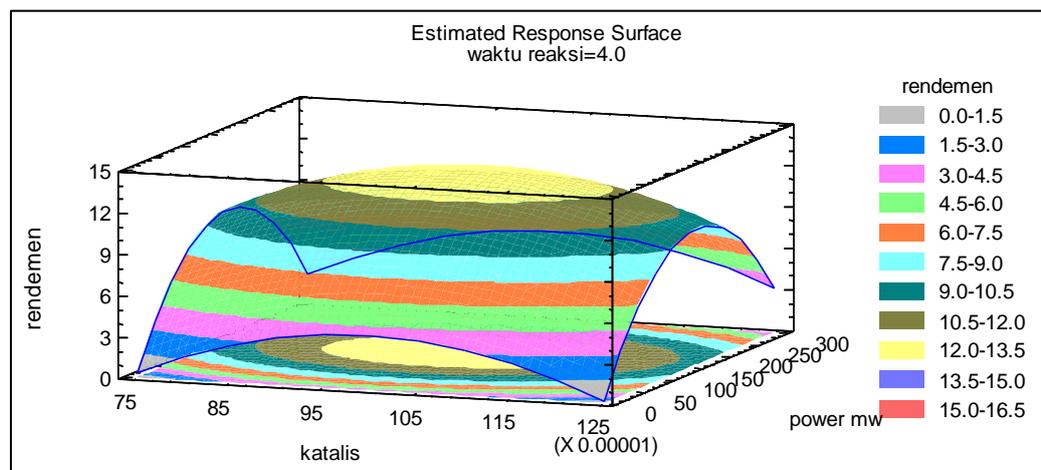
*R-squared (adjusted for d.f.)* = 99.3009 percent

*Standard Error of Est.* = 0.420422

*Mean absolute error* = 0.184

Analisa ANOVA (lihat tabel 10) berfungsi untuk mengidentifikasi faktor-faktor yang signifikan mempengaruhi rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon yang ditunjukkan dengan *P-value* = < 0,05. Pada tabel 10 menunjukkan bahwa efek katalis tunggal (A) dan interaksi antara katalis dan *power microwave* (AB) memberikan efek yang tidak signifikan terhadap rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon (*P-value* = > 0,05), sementara efek tunggal dari *power microwave* (B), waktu reaksi (C), efek kuadran katalis (AA), interaksi antara katalis dan waktu reaksi (AC), efek kuadran dari *power microwave* (BB), interaksi antara *power microwave* dan waktu reaksi (BC) dan efek kuadran waktu reaksi (CC) merupakan faktor yang signifikan berpengaruh terhadap rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)

propenon ( $P\text{-value} = < 0,05$ ). Berdasarkan hasil ANOVA, didapatkan juga nilai  $R\text{-square}$  sebesar 99.7503% dan standar eror dari eksperimen yang dilakukan sebesar 0.420422, dari kedua hasil ini dapat disimpulkan bahwa eksperimen yang dilakukan untuk memprediksi nilai variabel prediktor memiliki tingkat persisi yang bagus.



**Gambar 15.** Kontour Plot Sintesis Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3 piridin-2-il) propenon

Selanjutnya akan didapat kontour plot model regresi yang dapat digunakan untuk mengeksplorasi potensial antara 3 variabel, dalam eksperimen ini kontour plot bertujuan untuk menguji pengaruh faktor terhadap respon hasil sintesis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon, sehingga dari kontour plot ini didapatkanlah kondisi optimum untuk rendemen senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon dengan katalis sebesar 0,00102 mol, *power* radiasi *microwave* sebesar 167 watt dan waktu reaksi selama 3 menit 45 detik.

**Tabel 11.** Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin 2-il) propenon

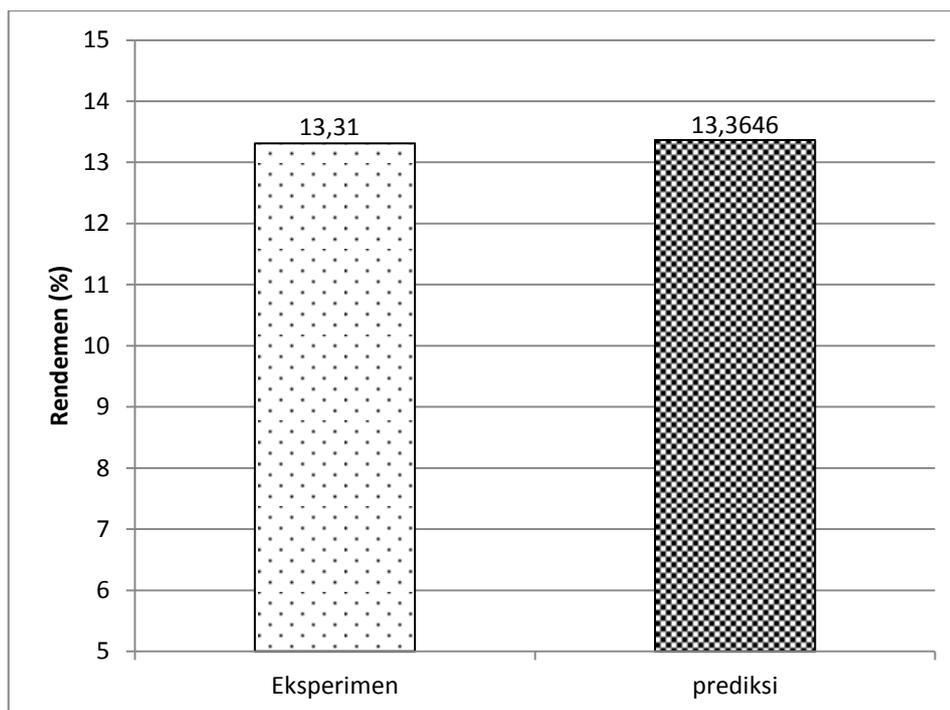
<b>Faktor</b>	<b>Low</b>	<b>High</b>	<b>Optimum</b>
Katalis	0.00075	0.00125	0.00102167
<i>Power microwave</i>	0.0	280.0	167.133
Waktu reaksi	2.0	6.0	3.4577

Pada kondisi optimum didapatkan nilai rendemen sebesar 13,6289 %, tetapi karena tidak tersedianya *power microwave* sebesar 167 watt maka percobaan dilakukan dengan *power microwave* sebesar 140 watt dan didapat nilai rendemen dengan menggunakan rumus persamaan 2 sebesar 13,3646 %.

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Rendemen} &= -84.56 + 130250 (\text{katalis}) + 0.135402 (\text{power microwave}) + \\
 & 11.7644 (\text{waktu reaksi}) - 5.89\text{E}7(\text{katalis})^2 + 8.0(\text{katalis}) (\text{power} \\
 & \text{microwave}) - 3250.0 (\text{katalis}) (\text{waktu reaksi}) - 0.000358865 \\
 & (\text{power microwave})^2 - 0.00683036 (\text{power microwave}) (\text{waktu} \\
 & \text{reaksi}) - 1.05594 (\text{waktu reaksi})^2 \\
 &= -84.56 + 130250 (0.00102167) + 0.135402 (140) + 11.7644 \\
 & (3.4577) - 5.89\text{E}7(0.00102167)^2 + 8.0(0.00102167) (140) - \\
 & 3250.0 (0.00102167) (3.4577) - 0.000358865 (140)^2 - \\
 & 0.00683036 (140) (3.4577) - 1.05594 (3.4577)^2 \\
 &= 13,3646 \%.
 \end{aligned}$$

Percobaan dilakukan dengan satu kali replikasi menggunakan kondisi optimum yang diperoleh dan didapatkan hasil rendemen sintesis senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il) propenon adalah 13,31%, sementara nilai prediksi

adalah 13,3646% (lihat gambar 16). Perbedaan yang didapat adalah sebesar 0,05 %, hal ini menunjukkan bahwa tidak terjadi perbedaan yang besar antara nilai rendemen prediksi dan nilai rendemen eksperimen. Selain itu, ini juga menandakan bahwa persamaan yang diperoleh dapat digunakan untuk memprediksi nilai rendemen dari senyawa 1-(2,5-dihidroksifenil)-(3-piridin-2-il)propenon apabila diketahui massa katalis, besar *power microwave* dan lama waktu reaksi yang digunakan sehingga persamaan ini akan sangat bermanfaat dalam proses optimasi sintesis apabila akan dilakukan dalam produksi skala besar di industri nantinya.



**Gambar 16.** Perbandingan Hasil Rendemen Eksperimen dan Prediksi.