

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Preparasi Sintesis dan Analisis Metode Sintesis GVT-0

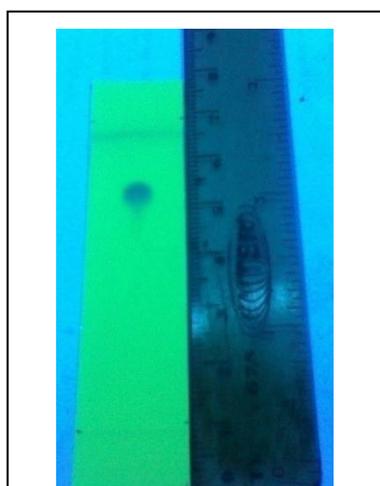
Preparasi sintesis adalah penyiapan secara keseluruhan bahan, alat dan metode yang akan digunakan dalam sintesis. Bagian penting preparasi sintesis adalah analisis kualitatif bahan serta analisis metode sintesis yang digunakan. Parameter analisis bahan sintesis GVT-0 terletak pada kemurnian bahan baku (*starting material*) yang digunakan, sedangkan parameter analisis metode terletak pada keberhasilan metode sintesis dalam menghasilkan GVT-0.

Sintesis GVT-0 dilakukan dengan menggunakan *starting material* vanilin dan aseton. Pemilihan *starting material* diambil berdasarkan bentuk struktur senyawa GVT-0. Struktur senyawa GVT-0 apabila dibagi menjadi tiga daerah, akan terbagi menjadi satu struktur molekul aseton dan dua struktur molekul vanilin. Gugus metil aseton akan membentuk ikatan C=C dengan struktur karbonil vanilin melalui mekanisme reaksi Claisen-Schmidt. Reaksi dikatalisis dengan adanya asam ataupun basa. Pembagian struktur dasar GVT-0 menjadi susunan *starting material* dapat dilihat pada Gambar 4. Vanilin (4-hidroksi-3-metoksi benzaldehida) termasuk dalam kelompok aldehid. Vanilin yang digunakan adalah vanilin teknis yang diperoleh dari Laboratorium Farmasi Universitas Ahmad Dahlan. Oleh karena itu, perlu dilakukan analisis kualitatif untuk memastikan senyawa tersebut adalah vanilin. Vanilin dianalisis secara organoleptis berdasarkan pemerianannya dari Farmakope Indonesia IV (FI IV) serta berdasarkan

nilai *retardation factor* (R_f) kromatografi lapis tipis yang dibandingkan dengan nilai R_f penelitian Fahrurozi (2008) yang dijadikan sebagai acuan. Nilai R_f didapatkan berdasarkan Persamaan 2.

$$R_f = \frac{\text{Jarak tempuh senyawa}}{\text{jarak eluen yang akan ditempuh}} \dots\dots\dots (2)$$

KLT vanilin dilakukan dengan fase gerak kloroform : etil asetat (5:1). Hasil analisis vanilin secara organoleptis tepat dengan FI IV, yaitu kristal/serbuk berbentuk jarum, berwarna putih hingga agak kuning dengan rasa dan bau yang khas. Sedangkan dari analisis KLT didapatkan nilai R_f 0,73. Nilai R_f tersebut tidak jauh berbeda apabila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fahrurozi (0,72). Analisis kualitatif vanilin dengan KLT dapat dilihat pada Gambar 10. Berbeda dengan vanilin, aseton tidak perlu dianalisis karena aseton yang digunakan dalam sintesis GVT-0 memiliki grade *pro analitik*.

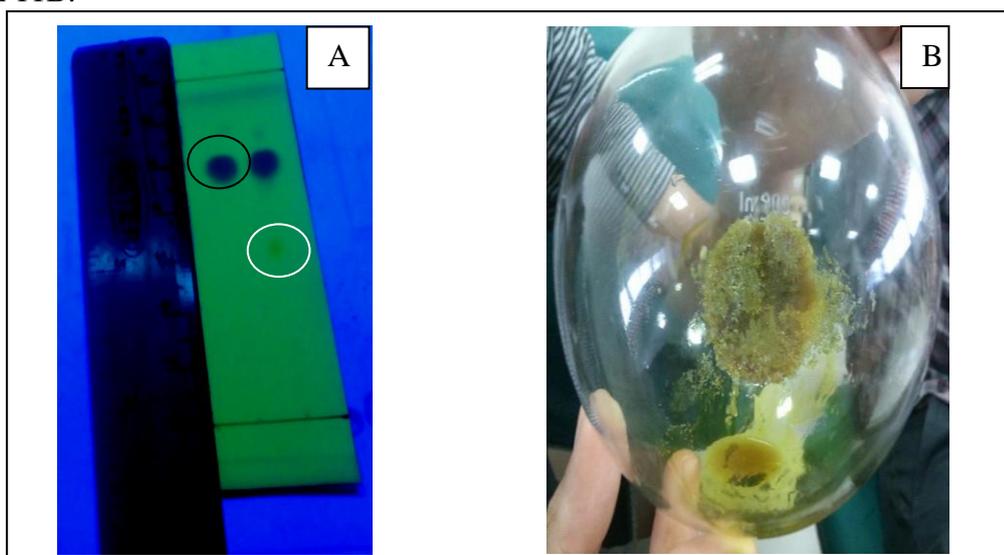


Gambar 10. Analisis Vanilin Menggunakan KLT($R_f= 0,73$ deteksi pada sinar UV λ 254 nm)

Metode sintesis yang digunakan adalah metode Samtisar (Samboedi-Timmerman-Sardjiman) yang telah dimodifikasi. Pada awalnya, metode Samtisar

merupakan metode sintesis GVT-0 dengan menggunakan *starting material* vanilin dan aseton tanpa penggunaan pelarut. Berdasarkan penelitian Fahrurrozi (2008), modifikasi metode Samtisar dilakukan untuk mengubah bentuk padat vanilin menjadi bentuk cair. Bentuk terlarut vanilin akan mempercepat reaksi antar molekul. Modifikasi dilakukan dengan preparasi *starting material* vanilin yang dilarutkan terlebih dahulu menggunakan etanol 95%.

Analisis dari metode sintesis yang digunakan dilakukan dengan membandingkan hasil yang didapat secara organoleptis dan nilai R_f kromatografi lapis tipis hasil yang diduga GVT-0 dengan R_f GVT-0 pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Fahrurrozi (2008). Secara organoleptis, hasil sintesis GVT-0 sesuai dengan ciri-ciri GVT-0 penelitian Fahrurrozi (2008) yaitu, endapan berwarna kuning kehijauan. Sedangkan nilai R_f KLT yang didapat adalah 0,5. nilai ini sama dengan nilai R_f penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fahrurrozi (2008). Hasil KLT dan sintesis GVT-0 dapat dilihat pada Gambar 11A dan 11B.



Gambar 11. Gambar A Hasil KLT Vanilin (lingkaran hitam, $R_f = 0,73$) dan GVT-0 (lingkaran putih, $R_f = 0,5$), Gambar B hasil senyawa yang didapat dari sintesis GVT-0

B. Sintesis Gamavuton-0 (GVT-0)

Sintesis GVT-0 dilakukan dengan menggunakan metode sintesis Samtisar (Samboedi-Timmerman Sardjiman) yang telah dimodifikasi (Fahruruzi, 2008). Metode ini dilakukan menggunakan *starting material* aseton dan vanilin serta dengan katalis asam klorida pekat (HCL 37%). Modifikasi metode ini terletak pada penggunaan pelarut untuk melarutkan vanilin. Vanilin yang terlarut memiliki luas permukaan lebih besar dibandingkan vanilin bentuk padat. Semakin besarnya luas permukaan berbanding lurus dengan meningkatnya kecepatan reaksi. Isaacs (1995), menjelaskan penggunaan pelarut polar akan menaikkan solvasi senyawa terlarut. Peningkatan solvasi akan berdampak terhadap penurunan energi aktivitasnya, sehingga kecepatan reaksi akan meningkat. Pelarut menurut Isaacs (1987) berdasarkan berbagai macam reaksi kimianya dapat terbagi menjadi tiga kelompok, yaitu :

1) Pelarut protik

Pelarut protik didefinisikan sebagai pelarut yang memiliki gugus pendonor elektron, -OH atau -NH dan termasuk diantaranya kelompok alkohol, amina, asam karboksilat, dan air. Karakteristik pelarut protik adalah memiliki momen dipol yang besar dan kemampuan untuk mengadakan ikatan hidrogen.

2) Pelarut dipolar aprotik

Pelarut dipolar aprotik adalah pelarut yang tidak memiliki proton asam tetapi memiliki momen dipol yang besar. Contohnya adalah dimetil sulfoksid, alkil sianida, keton dan amida sekunder.

3) Pelarut nonpolar aprotik

Pelarut nonpolar aprotik memiliki momen dipol kecil, tidak memiliki proton asam atau kemampuan sebagai pendonor atau akseptor. akibatnya hanya terjadi interaksi intermolekular yang lemah. Contohnya adalah pelarut golongan hidrokarbon, halokarbon dan eter.

Sintesis GVT-0 dimulai dengan melakukan perhitungan massa vanilin, perhitungan volume aseton dan etanol yang akan digunakan. Secara teoritis, senyawa GVT-0 memiliki dua molekul vanilin dan satu molekul aseton (2:1). Berdasarkan perbandingan tersebut dapat dilakukan perhitungan untuk mencari massa dan volume yang diinginkan. Perhitungan massa vanilin dan volume aseton dapat dilihat pada Lampiran 1. Dari perhitungan tersebut didapatkan senyawa *starting material* vanilin 4,141 gr dan aseton 1 ml dengan perbandingan 2:1 untuk sintesis GVT-0. Proses sintesis GVT-0 dilakukan dalam dua tahap. Tahap pertama adalah sintesis GVT-0 dan dilanjutkan dengan tahap pemurnian (kristalisasi).

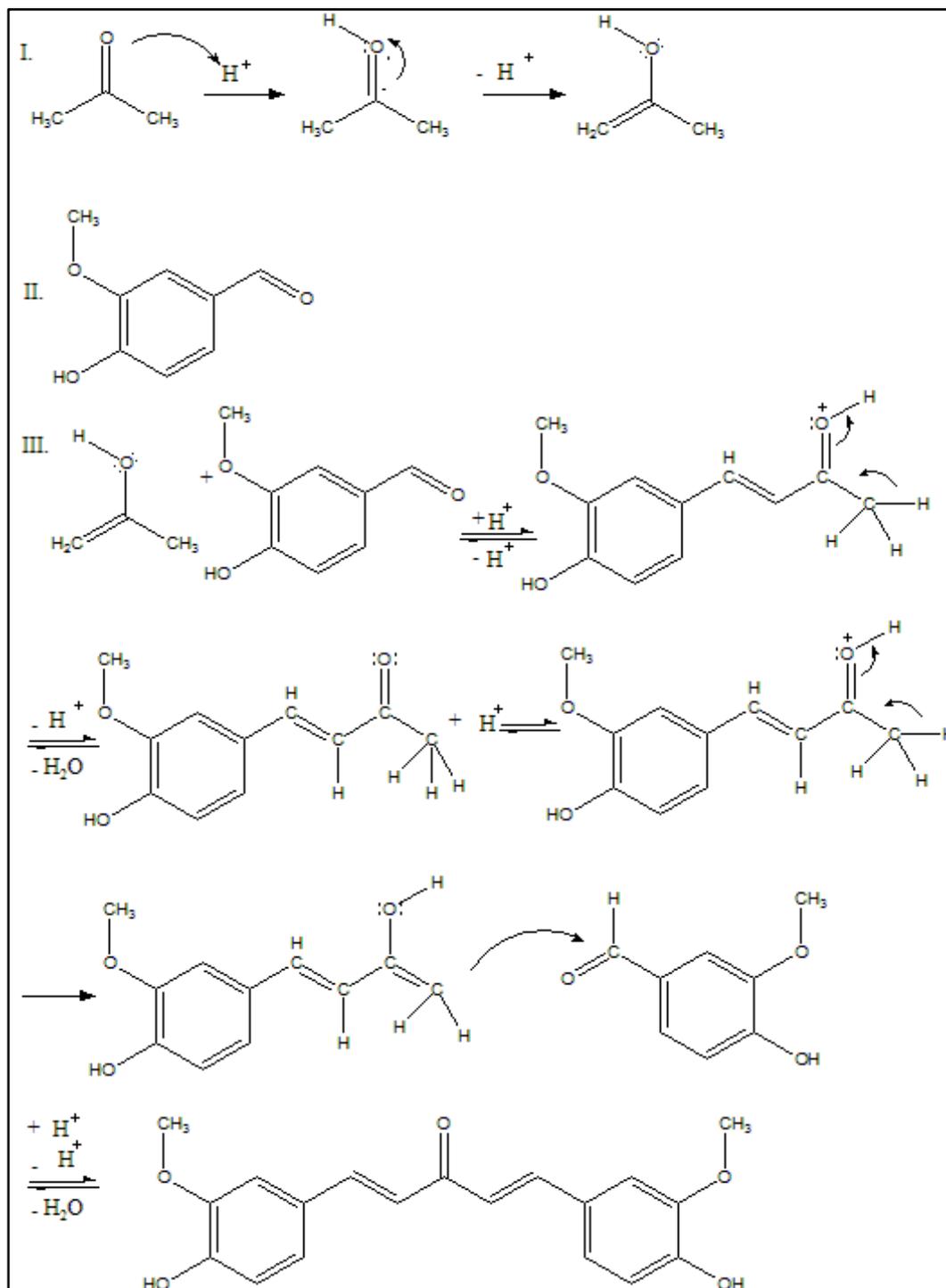
Sintesis GVT-0 dilakukan dengan melarutkan vanilin dalam etanol dan membuat larutan asam aseton. Vanilin diambil sebanyak 4,141 gram, lalu dilarutkan menggunakan etanol 95%. Volume pelarut yang diberikan adalah 8 ml etanol 95%. Volume pelarut tersebut didapatkan dari pengujian kelarutan vanilin. Proses pelarutan disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada skala pengadukan 4. Pengadukan dilakukan untuk mempercepat pelarutan vanilin oleh etanol 95%. Pembuatan aseton-HCl dilakukan dengan mencampurkan aseton 10 ml dan HCl 37% dengan kadar tertentu. Asam diberikan sebagai katalis dalam

reaksi kondensasi yang terjadi. Kadar katalis yang divariasi terdiri dari kadar 20 μl , 40 μl , 60 μl , dan 80 μl per 10 ml aseton.

Pengasaman aseton dilakukan untuk mengurangi keelektronegatifan atau menambah sifat nukleofilik ikatan karbonil aseton. Menurut Solomons (1988) senyawa aldehid dan keton memiliki dua karakteristik, yaitu kemampuannya untuk mengalami reaksi adisi nukleofilik dan sifat asam dari proton yang terikat pada atom C- α . Aldehid dan keton dapat mengalami reaksi adisi nukleofilik pada gugus karbonilnya.

Secara teoritis, katalis yang dapat digunakan dalam sintesis GVT-0 tidak hanya terbatas pada katalis asam. Solomons (1988) menjelaskan kondensasi C- α mudah terjadi bila digunakan basa sebagai katalis, karena keton yang digunakan tidak akan mengalami kondensasi sendiri. Peristiwa dehidrasi (penghilangan air) akan terjadi setelah reaksi kondensasi dan akan lebih mudah terjadi bila dehidrasi tersebut menyebabkan perpanjangan sistem konjugasi dari ikatan rangkap yang ada.

Penggunaan basa, akan mendorong sintesis GVT-0 berjalan melalui intermediet enolat, sedangkan penggunaan asam mendorong reaksi berjalan melalui intermediat enol (Sardjiman, 2000). Intermediat enol memiliki reaktifitas yang lebih lemah dibandingkan intermediat enolat. Meskipun basa lebih memberikan keuntungan kecepatan reaksi yang lebih cepat, tetapi penggunaan asam lebih dipilih. Katalis asam dipilih, karena reaksi kondensasi yang terjadi lebih stabil dibandingkan katalis basa. Reaksi adisi nukleofilik yang terjadi pada aseton dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 12. Reaksi Claisen-Schmidt dalam Pembentukan GVT-0
(Sardjiman, 2000)

Vanilin yang telah larut ditambahkan dengan 1 ml larutan HCl-aseton dan dimasukkan dalam labu alas bulat. Bagian bawah labu alas bulat diletakkan *heating mantel* dan bagian atasnya dihubungkan dengan kondensor. Kondensor akan merubah bentuk gas aseton dan etanol kembali menjadi bentuk cairnya, sehingga dapat mencegah hilangnya aseton dan etanol akibat pemanasan. *Mantel heat* digunakan sebagai pemanas dengan skala pemanasan 4,5. Proses pemanasan dilakukan sampai 1,5 jam. Setelah proses pemanasan, akan perlahan terbentuk larutan kuning kehijauan sampai kuning kecoklatan. Kemudian, labu alas bulat ditutup dan dicelupkan dalam air es dan selanjutnya dimasukkan dalam almari pendingin pada suhu 2-8°C. Pendinginan tersebut digunakan untuk menghentikan reaksi yang terjadi. Semakin besar konsentrasi HCl yang diberikan maka semakin pekat kecoklatan warna yang dihasilkan. Konsentrasi HCl 20 µl menghasilkan warna kuning kehijauan, 40 µl menghasilkan kuning hijau agak coklat, 60 µl menghasilkan warna kuning hijau kecoklatan agak pekat, dan 80 µl menghasilkan warna kuning kecoklatan dengan sedikit warna hijau.

Reaksi utama pembentukan GVT-0 adalah reaksi kondensasi Claisen-Schmidt. Reaksi kondensasi ini terjadi pada gugus karbonil senyawa golongan keton. Tahapan-tahapan kondensasi Claisen-Schmidt menurut Sardjiman (2000) adalah :

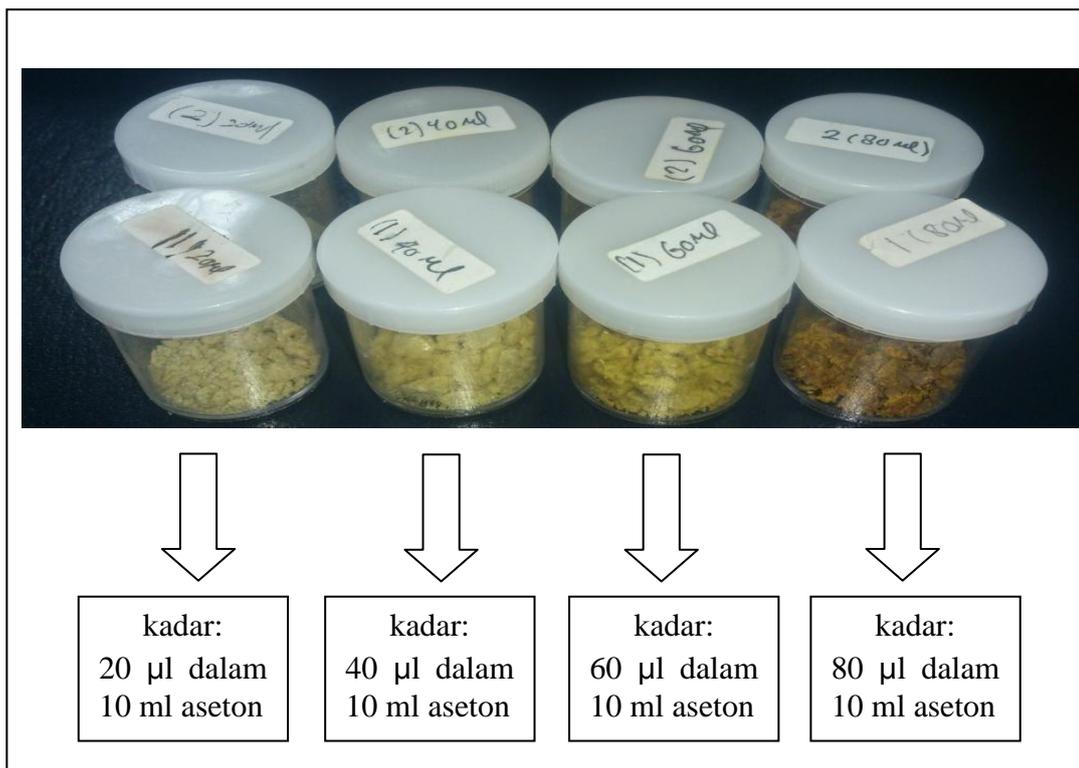
- 1) Protonasi atom O pada karbonil keton (aseton). Protonasi akan membentuk intermediate enol yang berperan sebagai nukleofil.
- 2) Nukleofil yang terbentuk akan menyerang atom C karbonil aldehyd vanilin. Penyerangan tersebut dikarenakan atom C karbonil memiliki muatan yang lebih positif dan akan menghasilkan suatu ikatan α,β -unsaturated karbonil.

3) Atom O keton α,β -unsaturated karbonil akan membentuk senyawa antara intermediate enol. Senyawa ini akan menyerang molekul vanilin kedua untuk membentuk ikatan GVT-0. Tahapan-tahapan tersebut dapat dilihat pada Gambar 12.

Proses sintesis dilanjutkan dengan pemurnian (kristalisasi) senyawa hasil sintesis GVT-0. Pemurnian dilakukan dengan memisahkan senyawa hasil menggunakan kloroform dalam corong pisah. Kloroform akan memisahkan GVT-0 dalam larutan. Fase kloroform diambil dan dimasukkan dalam cawan porselen. Na sulfat anhidrat dimasukkan dalam fase kloroform. Penggunaannya untuk mengikat air yang masih tersisa dalam fase kloroform. Fase kloroform diuapkan sehingga tersisa residu hitam. Residu hitam yang dihasilkan masih mengandung Na sulfat anhidrat. Penghilangan Na sulfat anhidrat dilakukan dengan menambahkan asam asetat glasial secukupnya, diaduk lalu ditambahkan aquadest sampai bau asam asetat glasial hilang lalu saring. Proses tersebut menghasilkan senyawa sampel bebas etanol, asam, dan aseton. Sampel yang telah disaring dimaserasi dengan aquadest dengan suhu 70-80°C. Aduk dan saring. Proses ini dilakukan untuk memisahkan GVT-0 dengan vanilin yang tidak bereaksi. Vanilin akan larut ke dalam air panas, sehingga pada proses penyaringan akan terpisah dengan GVT-0. Endapan hasil penyaringan mengandung senyawa GVT-0.

Fase pemurnian dilakukan dengan cara memisahkan bahan pengotor dengan senyawa yang dituju. Senyawa pengotor termasuk diantaranya adalah senyawa *starting material* vanilin dan aseton, air serta penghilangan asam. Pemurnian

GVT-0 dilakukan berdasarkan kelarutan GVT-0, vanilin dan aseton. GVT-0 termasuk senyawa sangat sukar larut air, vanilin termasuk senyawa sukar larut air sedangkan aseton larut air. Hasil pemurnian GVT-0 dari proses sintesis dengan variasi katalis asam dapat dilihat pada Gambar 13.



Gambar 13. Hasil Pemurnian GVT-0

C. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Gamavuton-0 (GVT-0)

Analisis senyawa hasil sintesis dilakukan untuk memastikan adanya senyawa prediksi dan menetapkan kadarnya. Pemilihan metode analisis yang baik menurut Gandjar dan Abdul Rohman (2007) harus meliputi beberapa kriteria yaitu peka (sensitif), tepat (presisi), teliti (akurat), selektif, kasar (rugged), dan Praktis. Pemakaian kriteria diatas bervariasi, tergantung sifat sampel dan tujuan

analisisnya. Syarat minimal metode analisis yang harus terpenuhi meliputi syarat ketepatan, ketelitian dan selektivitas.

Berdasarkan tujuannya metode analisis terbagi menjadi analisis secara kualitatif dan analisis secara kuantitatif. Tujuan analisis kualitatif adalah menemukan adanya senyawa yang diinginkan. Analisis kualitatif merupakan langkah awal analisis kuantitatif. Analisis kuantitatif dilakukan untuk mengetahui kadar senyawa yang telah terbukti ada pada analisis kualitatif sampel.

Metode analisis kualitatif senyawa hasil sintesis GVT-0 dilakukan menggunakan beberapa instrumen dengan syarat kepekaan (selektivitas) yang tinggi. Syarat selektivitas menjadi prioritas utama karena sampel masih memiliki kemungkinan mengandung *starting material* penyusun dan adanya senyawa pengganggu. Instrumen analisis kualitatif adalah sebagai berikut:

- 1) Kromatografi lapis tipis (KLT) dilanjutkan dengan *High Performance Thin Layer Chromatography* (HPTLC). Pemilihan KLT didasarkan pada kemampuan KLT dalam melakukan analisis kualitatif berdasarkan kemampuan fase gerak membawa sampel secara *ascending* melalui fase diam yang digunakan. GVT-0 memiliki berat molekul yang lebih besar dari aseton maupun vanilin, sehingga GVT-0 memiliki nilai R_f yang lebih kecil dari vanilin. HPTLC ditambahkan dalam analisis KLT untuk mengetahui panjang gelombang yang diserap oleh GVT-0.
- 2) *Fourier Transform Infra Red Spectroscopi* (FTIR). Pemilihan metode analisis ini didasarkan pada selektif instrumen terhadap adanya ikatan tertentu yang membentuk gugus khas yang terdapat pada struktur senyawa yang diuji.

Penggunaan FTIR dapat menentukan masih ada tidaknya ikatan C-H yang tersisa setelah sintesis GVT-0 melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara ester (aseton) dan gugus karbonil vanilin dengan disertai pelepasan atom O pada gugus karbonil vanilin tersebut. Ikatan ini adalah ikatan khas pada GVT-0 yang tidak terdapat pada senyawa vanilin sebagai pembandingnya.

Prosedur analisis yang penting diperhatikan adalah penyiapan fase gerak dan fase diam KLT. Menurut Gandjar dan Abdul Rohman (2007), fase diam yang digunakan dalam KLT adalah penyerap berukuran kecil dengan diameter partikel antara 10-30 μm . Semakin sempit kisaran ukuran fase diam, maka akan semakin baik kinerja KLT dalam efisiensi dan resolusinya. Fase gerak yang dipakai dapat diambil dari pustaka yang menjadi acuan. Fase gerak yang optimal dijelaskan oleh Gandjar dan Abdul Rohman (2007) memiliki kriteria kemurnian yang tinggi dan menghasilkan nilai R_f antara 0,2-0,8.

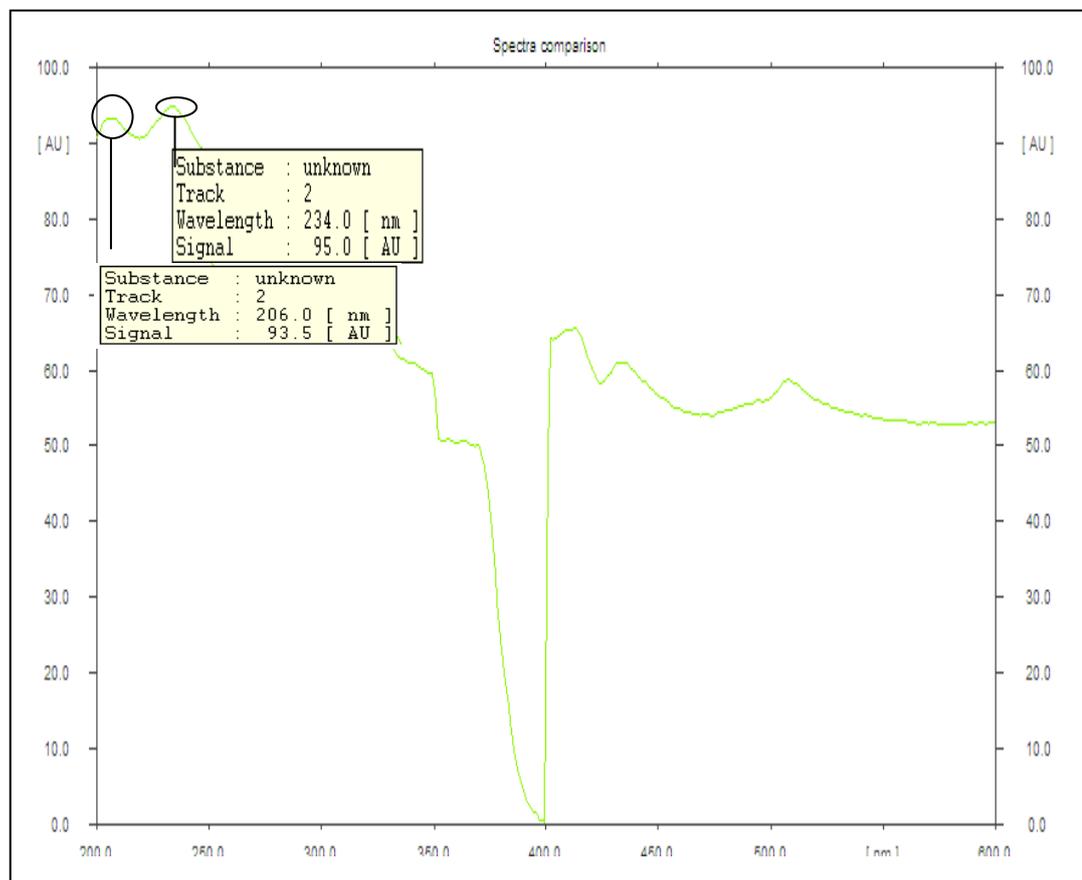
Pengujian KLT senyawa GVT-0 yang telah dimurnikan menggunakan fase diam silika gel GF 254. Silika gel GF 254 adalah fase diam yang mengandung gypsum dengan penambahan bahan fluoresensi sehingga akan menghasilkan warna pada UV 254. Fase gerak dibuat dari campuran kloroform : etil asetat (5:1). Plat KLT dibuat dengan panjang 9 cm dan berikan jarak elusidasi 7 cm dengan batas bawah dan atas masing-masing 1 cm. Pemilihan fase gerak dan diam didasarkan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fahrurrozi (2009). Hasil uji analisis kualitatif KLT dapat dilihat pada Gambar 11A.

Hasil yang didapat berupa bercak-bercak yang terpisah. Bercak-bercak tersebut menandakan adanya senyawa yang memiliki perbedaan berat molekul (BM). Silika gel sebagai fase diam yang digunakan memiliki sifat polar. Berdasarkan prinsip *like dissolve like*, sifat polar dari silika gel dapat mempengaruhi nilai R_f secara signifikan apabila fase gerak yang digunakan memiliki sifat yang polar. Fase gerak dibuat dari campuran kloroform : etil asetat (5:1). Berdasarkan *material safety data sheet* (MSDS) etil asetat dan kloroform memiliki sifat semipolar karena dapat larut dalam air dan minyak. Namun, nilai kepolaran etil asetat lebih besar dibandingkan kloroform. Pencampuran etil asetat dan kloroform akan menghasilkan larutan semipolar dengan nilai kepolaran lebih tinggi dari kloroform dan lebih rendah dari etil asetat. Sifat semipolar yang dihasilkan akan memungkinkan fase gerak membawa molekul vanilin dan GVT-0 yang memiliki sifat kurang polar dengan vanilin. Nilai R_f dihitung dari jarak yang dihasilkan oleh bercak dibagi jarak elusidasi pada plat KLT. Perhitungan nilai R_f dapat dilihat pada Lampiran 2.

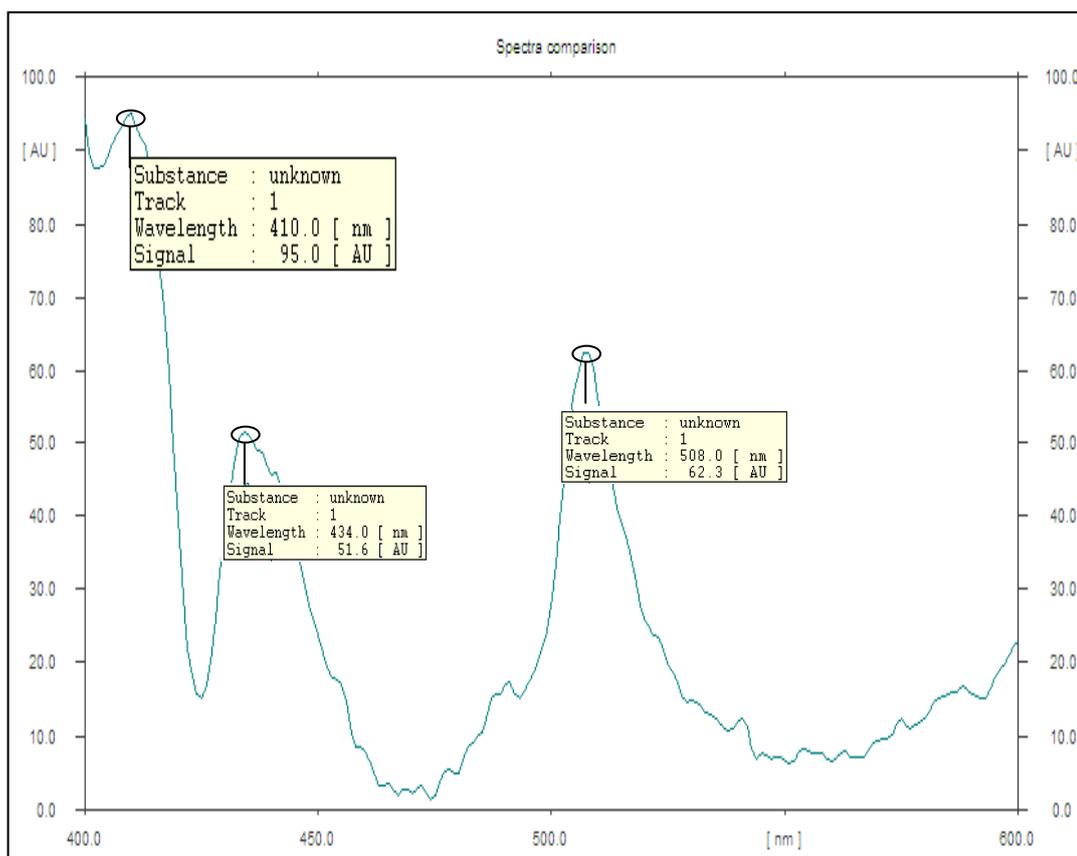
Nilai R_f yang diperoleh akan dibandingkan dengan nilai R_f yang menjadi acuan dari penelitian Fahrurozi (2008) yaitu 0,5 untuk GVT-0 dan 0,72 untuk vanilin. Nilai R_f vanilin dan GVT-0 yang didapat secara berurutan adalah 0,5 dan 0,73. Apabila dibandingkan dengan nilai R_f acuan tersebut, dapat diketahui hasil nilai R_f yang diperoleh mendekati dengan nilai R_f acuan. Kesamaan nilai R_f menandakan memang adanya senyawa vanilin dan GVT-0 dalam sampel. Hasil yang didapat memberikan kepastian terbentuknya senyawa GVT-0 serta masih

belum murninya sampel GVT-0 dari senyawa *starting material* vanilin dalam sampel.

Analisis KLT yang dilakukan tidak hanya digunakan untuk mendapatkan nilai R_f , hasil KLT juga dapat digunakan untuk analisis lanjutan menggunakan HPTLC. HPTLC akan menghasilkan data berupa panjang gelombang serapan sampel GVT-0 dan vanilin. Hasil HPTLC vanilin dan sampel GVT-0 dapat dilihat pada Gambar 14 dan Gambar 15.



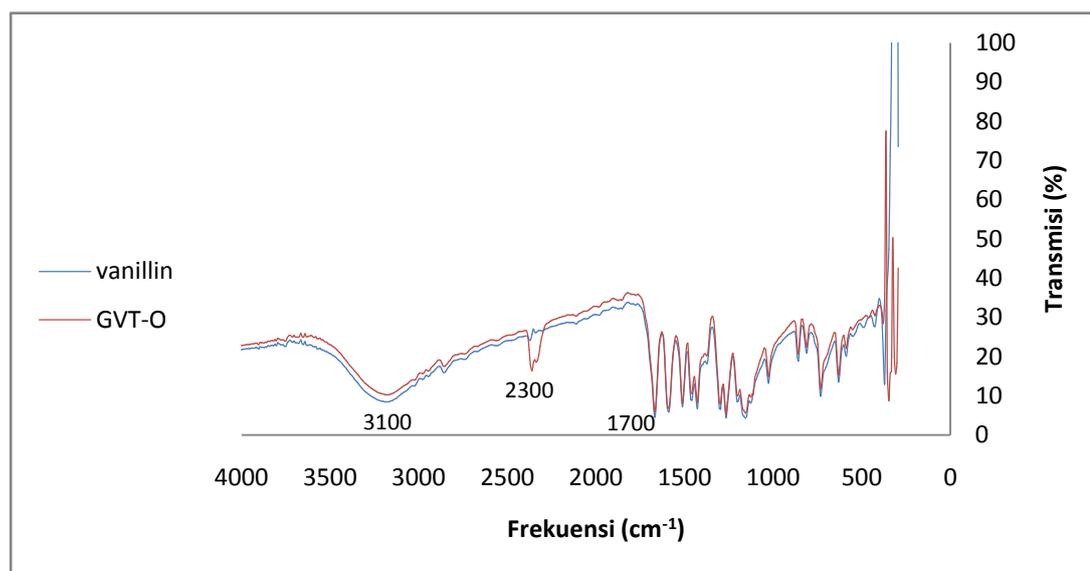
Gambar 14. Hasil HPTLC Vanilin



Gambar 15. Hasil HPTLC GVT-0

Hasil yang didapat dari analisis HPTLC adalah spektra serapan panjang gelombang yang terjadi pada vanilin dan sampel GVT-0. Pada Gambar 14 dapat dilihat vanilin memiliki *peak* pada panjang gelombang 234 nm dan 206 nm. *Peak* tertinggi adalah pada panjang gelombang 234. Hal ini menandakan vanilin merupakan senyawa yang menyerap pada panjang gelombang UV. Berbeda dengan vanilin, sampel GVT-0 menghasilkan tiga puncak serapan pada panjang gelombang sinar tampak, yaitu pada λ 410 nm, 434 nm dan 508 nm. Puncak tertinggi ada pada λ 410 nm. Hal ini sesuai dengan karakteristik GVT-0 yang merupakan senyawa berwarna.

Berdasarkan analisis kualitatif yang sudah dilakukan yaitu KLT dengan HPTLC, hasil analisis telah membuktikan adanya GVT-0. Namun, ketiga analisis tersebut masih belum membuktikan adanya ikatan khas yang terbentuk antara vanilin dan aseton sehingga membentuk GVT-0. Pembuktian adanya GVT-0 berdasarkan gugus fungsi pada strukturnya dapat dilakukan dengan menggunakan analisis kualitatif *fourier transform infra red spectroscopy* (FTIR). FTIR memiliki tingkat sensitivitas yang tinggi untuk mendeteksi ikatan pada suatu senyawa. Hasil analisis kualitatif FTIR pada senyawa hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Grafik Spektroskopi FTIR Vanilin dan Sampel GVT-0

Struktur GVT-0 terbentuk dari ikatan yang terjadi antara karbonil pada struktur vanilin dengan ester (aseton). Ikatan baru yang terbentuk adalah ikatan C=C dan C-H yang dihasilkan dari reaksi kondensasi Claisen-Schmidt. Reaksi konjugasi yang terjadi akan menghilangkan atom O karbonil pada struktur vanilin. GVT-0 juga memiliki gugus fenil, karboksil, serta gugus alkena sebagai gugus

yang terbentuk dari proses konjugasi gugus karbonil vanilin dengan gugus metil dari aseton.

Transmisi spektra yang terbentuk memiliki kemiripan antara sampel vanilin dan GVT-0. Hal tersebut menandakan bahwa sebagian besar gugus fungsi yang ada pada GVT-0 sama dengan yang ada pada vanilin. Puncak ring phenil sp^2 dari GVT-0 dan vanilin muncul pada *broad* spektrum antara $3000-3100\text{ cm}^{-1}$. Puncak karbonil (C=O) muncul pada panjang gelombang sekitar 1700 cm^{-1} . Namun dari hasil FTIR pada (Gambar 14), dapat dilihat adanya puncak khusus yang terbentuk pada panjang gelombang 2300 cm^{-1} . Puncak tersebut diidentifikasi sebagai puncak dari ikatan C-H struktur GVT-0 yang merupakan residu dari gugus metilen aseton setelah terbentuk ikatan dari proses konjugasi antara *starting material* (vanilin sebagai grup aldehyd dan grup metil dari aseton) (Silverstein et al (2005)).

Hasil yang didapat dari analisis kualitatif dapat dijadikan landasan untuk melakukan analisis kuantitatif. Analisis kuantitatif GVT-0 dilakukan dengan menghitung berat rendemen yang didapat. Hasil perhitungan kuantitatif dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Analisis Kuantitatif Sampel GVT-0

Sampel	Variasi kadar asam (μl)	Rendemen yang dihasilkan (gram)	Rata-rata (gram)
1	20	0,487	0,497
2	20	0,506	
1	40	2,253	2,476
2	40	2,990	
1	60	2,539	2,394
2	60	2,249	
1	80	0,749	0,760
2	80	0,770	

D. Analisis Regresi Polinomial Orde Dua

Uji hipotesis dilakukan pada data berat GVT-0 yang didapat dari analisis kuantitatif. Analisis regresi dipilih menjadi metode pengujian hipotesis berdasarkan kemampuannya untuk mengukur kekuatan hubungan antara variabel respon dan variabel prediktor, mengetahui pengaruh suatu atau beberapa variabel prediktor terhadap variabel respon, dan berguna untuk memprediksi pengaruh suatu variabel atau beberapa variabel respon (Iriawan dan Astuti, 2006). Pendekatan analisis regresi yang paling tepat dilakukan adalah menggunakan kurva polinomial orde dua. Hal ini didasarkan pada kemampuannya menganalisis nilai kebermaknaan dari perubahan yang terjadi antara variabel *independent* dan variabel responnya melalui interpretasi perbandingan nilai toleransi uji yang didapat dengan nilai *acceptable quality level* (AQL) yang telah ditentukan.

Analisis regresi polinomial orde dua dilakukan apabila telah dipastikan terdapat hubungan yang signifikan dari variasi variabel *independent* yang dilakukan. Metode yang digunakan adalah metode *Annalysis of variance* (Anova). Analisis Anova dilakukan menggunakan nilai AQL 0,1. Pengambilan nilai AQL dilakukan berdasarkan pertimbangan kemungkinan banyaknya kesalahan yang terjadi selama eksperimen berlangsung. Nilai AQL akan dibandingkan dengan nilai *P-value*. Nilai *P-value* adalah nilai yang menandakan kebermaknaan hubungan antara variabel bebas dan variabel respon. Hasil Anova sampel yang didapat dapat dilihat pada Tabel 5.

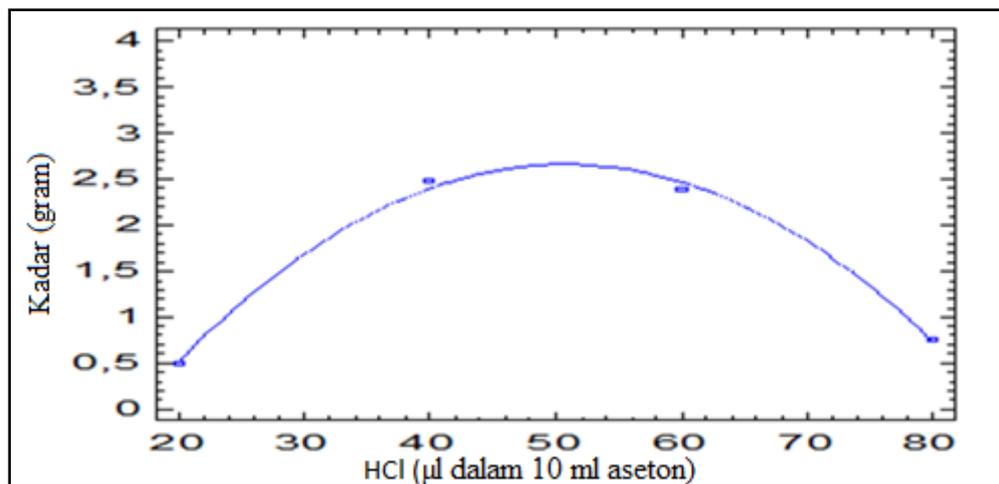
Tabel 5. Hasil Anova Sampel GVT-0

<i>Source</i>	<i>Sum of Squarez</i>	<i>Df</i>	<i>Mean Square</i>	<i>F-Ratio</i>	<i>P-Value</i>
Model	3,28037	2	1,64018	120,90	0,0633
Residual	0,0135668	1	0,0135668		
Total(Corr.)	3,29394	3			

R-squared = 99,5881 percent
R-squared (adjusted for d.f.) = 98,7644 percent
Standard Error of Est. = 0,116477
Mean absolute error = 0,05209

Berdasarkan hasil Anova, didapatkan nilai *P-value* adalah 0,063. Nilai *P-value* tersebut kurang dari nilai AQL yang ditentukan. Hal ini menandakan ada hubungan yang signifikan antara variasi kadar katalis dengan rendemen yang dihasilkan. Nilai *R-Squared* antara variabel adalah 99,5881%, sedangkan standar deviasi eksperimen yang dilakukan adalah 0,116477. Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa eksperimen yang dilakukan memiliki tingkat presisi yang bagus, sehingga dapat digunakan untuk memprediksikan nilai variabel prediktor.

Plot antara kadar asam dan GVT-0 hasil sintesis berupa plot kurva polinomial antara variabel tergantung (Y) dan variabel bebas (X) serta persamaan fungsional regresi polinomial yang dapat digunakan untuk memprediksikan variabel *dependent* yang dihasilkan. Analisis regresi polinomial orde dua sampel GVT-0 yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 17.



Gambar 17. Hasil Grafik Polinomial Orde Dua Sampel GVT-0

Kurva polinomial yang didapat memperlihatkan adanya kenaikan rendemen yang dihasilkan dengan dilakukannya penambahan konsentrasi katalis (HCl). Menurut Chang (2010), katalis adalah substansi yang menambah kecepatan reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi. Penambahan konsentrasi katalis akan mempercepat reaksi yang terjadi. Kecepatan reaksi akan meningkat sampai pada titik konsentrasi tertentu dimana kecepatan reaksi tidak dapat menjadi lebih cepat lagi. Titik ini disebut konsentrasi optimum katalis. Pada konsentrasi optimum didapatkan kecepatan reaksi tercepat, sehingga akan didapatkan juga jumlah produk akhir terbanyak. Konsentrasi optimum pada kurva polinomial tersebut terlihat terletak pada konsentrasi katalis 50 μl . Namun, Penambahan konsentrasi katalis melebihi konsentrasi optimum akan mengurangi kecepatan reaksi yang terjadi. Terlihat dari adanya penurunan jumlah rendemen GVT-0 yang didapat pada konsentrasi katalis 60 μl dan 80 μl . Katalis bekerja dengan membentuk senyawa intermediet. Kejenuhan senyawa intermediet akan

menyebabkan terjadinya reaksi balik yang akan mengurangi kecepatan reaksi, sehingga dapat menurunkan jumlah produk akhir yang didapat.

Selain didapatkan grafik regresi polinomial orde kedua, didapatkan juga persamaan:

$$Y = -3,15573 + 0,229057X - 0,00225544X^2 \dots\dots\dots (3)$$

dimana :

Y = Kadar rendemen prediksi GVT-0 yang dihasilkan

X = Kadar (katalis) HCl

Persamaan ini dapat digunakan untuk memprediksikan secara teoritis jumlah GVT-0 yang didapat apabila diketahui kadar katalis asam. Apabila dibandingkan berat GVT-0 prediksi dan eksperimen tidak jauh berbeda, sehingga dapat dikatakan uji hipotesis benar adanya. Pembuktian dilakukan dengan melakukan sintesis GVT-0 pada kadar katalis 50 µl/10 ml aseton, dimana kadar tersebut adalah kadar optimal untuk menghasilkan GVT-0 yang maksimal (Gambar 17). Berdasarkan persamaan 3, GVT-0 prediksi yang didapat adalah 2,658 gram. Proses perhitungan secara teoritis adalah sebagai berikut.

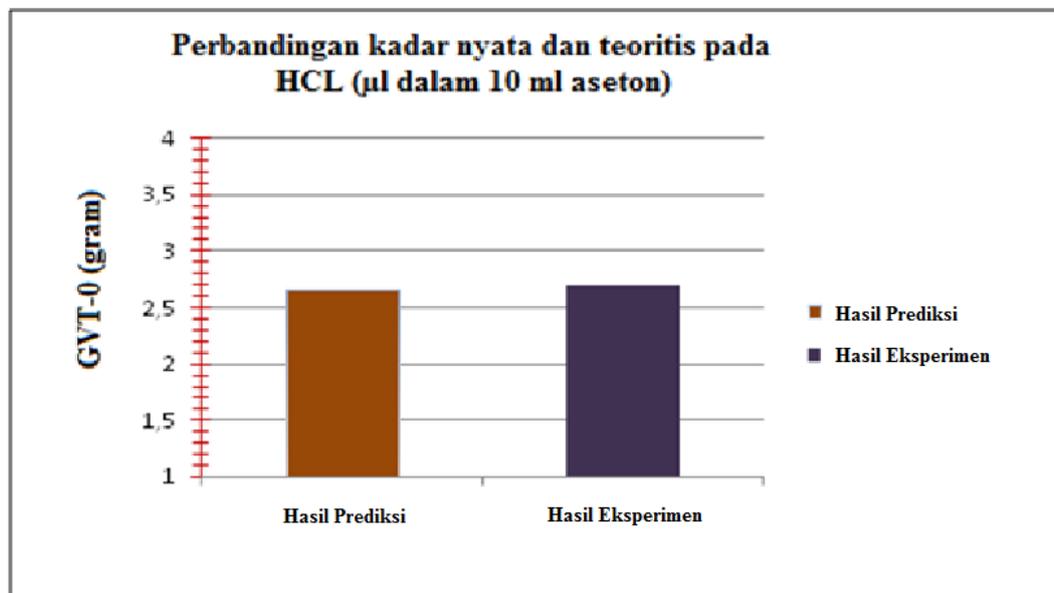
$$Y = -3,15573 + 0,229057X - 0,00225544X^2$$

$$Y = -3,15573 + 0,229057 \times 50 - 0,00225544 \times 50^2$$

$$Y = 2,658 \text{ gram (hasil prediksi)}$$

Secara eksperimental, sintesis GVT-0 yang dilakukan dengan pemberian kadar katalis 50 µl dalam 10 ml aseton menghasilkan GVT-0 sejumlah 2,691

gram. Perbandingan kadar yang dihasilkan secara eksperimental dan teoritis dapat dilihat pada Gambar 18.



Gambar 18. Perbandingan kadar prediksi dan eksperimental dalam diagram batang

Perbedaan berat GVT-0 prediksi dengan eksperimen dapat dihitung menggunakan Persamaan 4.

$$\text{Beda berat} = \frac{\text{berat eksperimen} - \text{berat prediksi}}{\text{berat teoritis}} \times 100\% \dots (4)$$

Perbedaan berat yang didapat adalah 1,22 %. Hal ini berarti kesalahan jauh dari nilai AQL yang sudah diterapkan yaitu 10%. Hal ini menandakan bahwa persamaan yang diperoleh dapat digunakan untuk prediksi jumlah GVT-0 yang diinginkan apabila diketahui kadar katalis yang digunakan. Selain itu, hal tersebut akan sangat bermanfaat dalam proses optimasi sintesis apabila akan dilakukan produksi industri dengan skala yang lebih besar.