

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HPM<sub>p</sub>FBP  
(1-PYHENYL-3-METHYL-4-FLUOROBENZOYL-5-PYROZOLONE)  
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI RAMAN, SPEKTROSKOPI NMR  
(NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE), DAN FTIR**

**SKRIPSI**

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar Sarjana Sains*



**OLEH :**

**WILDA TRI PUTRI YUSRI**

**NIM. 16034023**

**PROGRAM STUDI FISIKA  
JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

**2021**

**PERSETUJUAN SKRIPSI**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HPM<sub>p</sub>F<sub>BP</sub>  
(1-PHENYL-3-METHYL-4-FLUOROBENZOYL-5-PYROZOLONE)  
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI RAMAN, SPEKTROSKOPI  
NMR (NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE), DAN FTIR**

Nama : Wilda Tri Putri Yusri  
NIM : 16034023  
Program Studi : Fisika  
Jurusan : Fisika  
Fakultas : Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

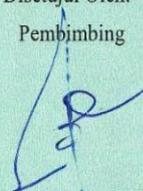
Padang, Juni 2021

Mengetahui:  
Ketua Jurusan Fisika



Dr. Ratnawulan, M. Si  
NIP. 19690120 1993032 002

Disetujui Oleh:  
Pembimbing



Dr. Yulkifli, S.Pd, M.Si  
NIP. 197307022003121002

**PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI**

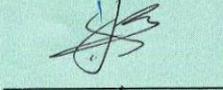
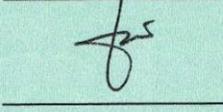
Nama : Wilda Tri Putri Yusri  
NIM : 16034023  
Prodi : Fisika  
Jurusan : Fisika  
Fakultas : Matematika Dan Ilmu Pengetahuan

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HPM<sub>p</sub>FBP  
(1-PHENYL-3-METHYL-4-FLUOROBENZOYL-5-PYROZOLONE)  
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI RAMAN, SPEKTROSKOPI  
NMR (NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE), DAN FTIR**

Dinyatakan Lulus Setelah Dipertahankan Di Depan Tim Penguji Skripsi Jurusan  
Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Padang

Padang, 3 Juni 2021

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
Ketua	: Dr. Yulkifli, S.Pd, M.Si	
Anggota	: Dra. Yenni Darvina, M. Si	
Anggota	: Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D	

## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

1. Karya tulis ini, tugas akhir berupa skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi HPMpFBP (*1-Phenyl-3-Methyl-4-Fluorobenzoyl-5-Pyrazolone*) Menggunakan Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), dan FTIR”, adalah asli karya sendiri.
2. Di dalam karya tulis ini berisi gagasan, rumusan, dari penelitian saya, tanpa bantuan pihak lain, kecuali pembimbing.
3. Di dalam Karya tulis ini, tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas dicantumkan sebagai acuan di dalam naskah dengan menyebutkan pengarang dan dicantumkan pada kepustakaan.
4. Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila terdapat penyimpangan di dalam ada pernyataan ini, saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karena karya tulis ini, serta sanksi lainnya sesuai norma dan ketentuan hukum yang berlaku.

Padang, Juni 2021

Pernyataan



Wilda Tri Putri Ysuri  
16034023

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HPMpFBP  
(1-PYHENYL-3-METHYL-4-FLUOROBENZOYL-5-PYROZOLONE)  
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI RAMAN, SPEKTROSKOPI NMR  
(NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE), DAN FTIR**

**Wilda Tri Putri Yusri**

**ABSTRAK**

Untuk menciptakan senyawa yang baru memerlukan suatu proses modifikasi struktur kimia melalui reaksi kimia dengan salah satu cara yaitu sintesis yang diharapkan akan membentuk suatu senyawa baru serta memiliki aktivitas farmakologis lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa induknya. Sintesis adalah salah satu model pembentukan suatu obat atau senyawa baru dengan maksud dan tujuan mendapatkan aktivitas yang lebih baik dengan harga yang ekonomis. Beberapa dari produk sintesis digunakan untuk bahan uji klinik dalam menganalisis suatu penyakit.

Penyakit yang diderita oleh pasien yang mengidap suatu molekul pada tubuh yang berlebih atau kekurangan suatu zat dalam tubuh manusia. Salah satu kelebihan molekul yang banyak dijumpai pada klinik laboratorium adalah kelebihan molekul glukosa. Glukosa berperan sebagai molekul utama bagi pembentukan energi di dalam tubuh, sebagai sumber energi utama bagi kerja otak dan sel darah merah. Namun kelebihan glukosa akan mengakibatkan diabetes mellitus. Beberapa metode yang digunakan dalam analisis diabetes mellitus adalah metode *non-invasive*. Metode *non-invasive* yang digunakan untuk mendapatkan karakteristik pada penelitian ini yaitu dengan menggunakan alat Spektroskopi Raman, NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) dan FTIR, dengan sampel HPMpFBP.

Dari proses karakterisasi menggunakan alat Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), dan FTIR didapatkan informasi panjang gelombang, pergeseran kimia, dan gugus fungsi (struktur kimia) dari sampel HPMpFBP. HPMpFBP memiliki struktur kimia  $C_{17}H_{13}N_2O_2F$ , panjang gelombang tertinggi yang dilakukan dengan karakterisasi menggunakan Spektroskopi Raman sebesar  $1643.91\text{ cm}^{-1}$ , pergeseran kimia tertinggi dengan karakterisasi menggunakan Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) sebesar 7.8628 ppm, dan gugus fungsi yang didapat dari karakterisasi menggunakan FTIR adalah (O-H, C-H, C=C, C=O, C-H, C-N).

Kata Kunci: Sintesis, Glukosa, Diabetes Mellitus, HPMpFBP, Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR, FTIR.

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur kehadirat Allah SWT, karena atas segala rahmat, nikmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan baik. Shalawat serta salam senantiasa kita curahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Judul dari Tugas Akhir ini adalah **“Sintesis dan Karakterisasi HPMpFBP (*1-Pyhenyl-3-Methyl-4-Fluorobenzoyl-5-Pyrozolone*) Menggunakan Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), dan FTIR ”** disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.

Penulis dapat menulis Tugas Akhir ini karena adanya bantuan, bimbingan serta petunjuk dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Yulkifli, S.Pd, M.Si, sebagai pembimbing atas segala bantuannya yang tulus dan ikhlas memberikan motivasi, bimbingan, arahan dan saran dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
2. Bapak Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D, sebagai penguji skripsi sekaligus membantu penulis dalam penyelesaian skripsi yang telah meluangkan waktu dan memberi masukan, kritik dan saran kepada penulis untuk menyempurnakan skripsi ini.
3. Ibu Dra. Yenni Darvinna, M. Si, sebagai penguji skripsi yang telah memberikan kritikan dan saran kepada penulis untuk penyelesaian skripsi.

4. Prof Illyas Md Isa, sebagai pembimbing dalam melakukan sintesis dan karakterisasi selama di UPSI Malaysia.
5. Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M. Si, selaku Pembimbing Akademik dan Ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang sekaligus sebagai Penasehat Akademik.
6. Ibu Syafriani, M. Si, Ph. D, sebagai Ketua Prodi Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
8. Staf administrasi dan Laboran di Laboratorium Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.
9. Keluarga tercinta serta seluruh orang tersayang yang telah memberikan motivasi, bantuan material, non material, serta kasih sayang dan dukungan.
10. Teman dan Sahabat yang sudah banyak memberikan dukungan dan motivasi untuk menyelesaikan skripsi.

Dalam penyusunan Tugas Akhir ini, penulis telah berusaha menyelesaikan dengan sebaik mungkin, akan tetapi penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu penulis berharap Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca sebagai referensi serta sebagai sarana untuk menambah ilmu pengetahuan dan informasi.

Padang, Mei 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK .....</b>	<b>i</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>ii</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN.....</b>	<b>x</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
A. Latar Belakang.....	1
B. Rumusan Masalah.....	6
C. Batasan Masalah.....	7
D. Tujuan Penelitian.....	7
E. Manfaat Penelitian.....	8
<b>BAB II KERANGKA TEORITIS.....</b>	<b>9</b>
A. Glukosa (Diabetes Mellitus).....	9
B. Proses Sintesis.....	15
C. Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR ( <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> ), dan FTIR.....	34
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>57</b>
A. Tempat dan Waktu Penelitian.....	57
B. Jenis Penelitian.....	57
C. Data dan Variabel Penelitian.....	57
D. Pelaksanaan Penelitian.....	58

E. Alat dan Bahan.....	59
F. Desain Penelitian.....	60
G. Prosedur Penelitian.....	66
H. Teknik Analisis Data.....	67
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>70</b>
A. Hasil Penelitian.....	70
B. Pembahasan.....	75
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>85</b>
A. Kesimpulan.....	85
B. Saran.....	86
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>87</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>92</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kimia Glukosa.....	9
Gambar 2. Struktur Kimia <i>4-Flourobenzoyl Chloride</i> .....	17
Gambar 3. Struktur Kimia 1-Phenyl-3-Methyl-5-Pirazolone.....	17
Gambar 4. <i>Magnetic Stirrer</i> .....	18
Gambar 5. Aliran refluks.....	24
Gambar 6. (a) Seperangkat Alat Refluks, dan (b) Seperangkat Alat Destilasi.....	27
Gambar 7. Destilasi Sederhana.....	28
Gambar 8. Destilasi Bertingkat.....	29
Gambar 9. Destilasi Azeotrop.....	29
Gambar 10. Destilasi Vakum.....	30
Gambar 11. Destilasi Uap.....	31
Gambar 12. Rangkaian Peralatan Destilasi.....	31
Gambar 13. Desain Dari Alat Refdes.....	33
Gambar 14. Mekanisme Reaksi dari HPMpFBP.....	34
Gambar 15. Alat Raman.....	36
Gambar 16. Diagram Biasan Rayleigh Dan Biasan Raman.....	37
Gambar 17. Prinsip Kerja Spektrometer Raman.....	40
Gambar 18. Gambar Alat NMR.....	43
Gambar 19. Prinsip Kerja NMR ( <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> ).....	44
Gambar 20. Instrument Dari Alat NMR ( <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> ).....	49
Gambar 21. Alat FTIR.....	50

Gambar 22. Skema Alat Spektroskopi FTIR.....	52
Gambar 23. Skema Prinsip Alat FTIR.....	54
Gambar 24. Diagram Alir Proses Sintesis.....	63
Gambar 25. Diagram Alir Prosedur Percobaan Pengujian.....	65
Gambar 26. Diagram Alir Prosedur Penelitian.....	66
Gambar 27. Spektrum Raman Dari Plasma Darah.....	68
Gambar 28. Spektrum FTIR.....	68
Gambar 29. Spektrum NMR.....	68
Gambar 30. HPMpFBP.....	69
Gambar 31. Analisis HMPMpFBP Menggunakan Aplikasi Origin.....	73
Gambar 32. Analisis PMP Menggunakan Aplikasi Origin.....	73
Gambar 33. Grafik puncak HPMpFBP setelah dilakukan analisis menggunakan <i>Software ACD/NMR Processor Academic Edition</i> .....	74
Gambar 34. Hasil Analisis HMPMpFBP Yang Telah Dilakukan Oleh Meera R., et al(2004).....	74
Gambar 35. (a) Hasil Analisis HMPMpFBP Menggunakan FTIR Oleh Meera R., et al (2004), (b) Hasil Analisis HMPMpFBP Menggunakan FTIR Oleh Remya P.N., et al (2006).....	75
Gambar 36. Hasil Analisis HMPMpFBP Dari Alat Ftir Menggunakan <i>Software</i> <i>Origin</i> .....	75
Gambar 37. Struktur Kimia Dari HMPMpFBP.....	80
Gambar 38. Biosensor & Chemical Sensor Laboratory.....	95
Gambar 39. Neraca Analitik untuk menimbang sampel.....	96

Gambar 40. <i>Ultrasonic Cleaner</i> .....	96
Gambar 41. <i>Magnetic Stirrer</i> model 1 dan model 2.....	96
Gambar 42. Sampel HPMpFBP.....	97
Gambar 43. Alat Spektroskopi NMR yang ada di UPSI Malaysia.....	97
Gambar 44. Alat Spektroskopi Raman yang ada di UPSI Malaysia.....	97
Gambar 45. Pengujian sampel HPMpFBP.....	98
Gambar 46. Pengambilan data menggunakan Spketroskopi Raman.....	98
Gambar 47. Foto bersama supervisor dan tim di UPSI Malaysia.....	99
Gambar 48. Foto bersama pembimbing dan mahasiswi di UPSI Malaysia.....	99

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Tabel Pita Absorpsi Inframerah.....	52
Tabel 2. hasil perbandingan analisis HPmpFBP dengan PMP.....	77
Tabel 3. Perbandingan Pergeseran Kimia dari NMR.....	79
Tabel 4. Hasil Analisis dari HPMpFBP.....	81
Tabel 5. Hasil Perbandingan Analisis HMPMpFBP.....	82
Tabel 6. Nilai Panjang Gelombang dan Pergeseran Raman dari analisis HPMpFBP Menggunakan Spektroskopi Raman.....	92
Tabel 7. Nilai Panjang Gelombang dan Pergeseran Raman dari analisis PMP Menggunakan Spektroskopi Raman.....	92
Tabel 8. Tabel Pegeseran kimia dan <i>normalized capacity</i> HPMpFBP Menggunakan Spektroskopi NMR ( <i>NUclear Magnetic Resonance</i> )....	93
Teabel 9. Tabel panjang gelombang dan % transmittan HPMpFBP Menggunakan FTIR.....	94

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Tabel Panjang Gelombang HPMpFBP Dari Karakterisasi Spektroskopi Raman.....	92
Lampiran 2. Tabel Pergeseran Kimia HPMpFBP dari Karakterisasi Spketroskopi NMR ( <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> ).....	93
Lampiran 3. Tabel Panjang Gelombang dan % Trnasmittan HPMpFBP dari Karakterisasi FTIR.....	94
Lampiran 4. Biosensor & Chemical Sensor Laboratory.....	95
Lampiran 5. Alat yang digunakan dalam Sintesis.....	96
Lampiran 6. Proses Karakterisasi.....	98
Lampiran 7. Dokumentasi Bersama dengan Tim.....	99

## **BAB I PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang**

Pada awal perkembangan obat baru umumnya bersifat coba-coba (*tria and error*), kemudian melakukan suatu pendekatan untuk merancang obat baru tersebut. Untuk mendapatkan obat baru merupakan salah satu tujuan dari rancangan obat dengan aktifitas, mekanisme kerja, masa kerja, kenyamanan dalam pemakaian yang lebih baik dan memiliki toksitas, dan efek samping yang lebih rendah dibandingkan sebelumnya (Siswandono dan Soekarjo, 2000). Untuk mendapatkan obat baru diperlukan beberapa senyawa yang akan digunakan dalam mekanisme kerja pembuatan obat.

Untuk menciptakan senyawa yang baru memerlukan suatu proses modifikasi struktur kimia melalui reaksi kimia dengan salah satu cara yaitu sintesis yang diharapkan akan membentuk suatu senyawa baru serta memiliki aktivitas farmakologis lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa induknya (Purwanto, 2013). Sintesis adalah salah satu model pembentukan suatu obat atau senyawa baru dengan maksud dan tujuan mendapatkan aktivitas yang lebih baik dengan harga yang ekonomis (Hendrata, 2014). Sintesis senyawa dapat dilakukan dengan modifikasi struktur dari senyawa turunannya misalkan turunan asam silsilat dengan mengubah gugus karboksil melalui jembatan garam, ester, atau amida; modifikasi pada gugus karboksil dan hidroksil; substitusi pada gugus hidroksil; memasukkan gugus hidroksil atau gugus yang lain pada cincin aromatik atau dengan mengubah gugus fungsional (Tamayanti, 2016).

Sintesis obat merupakan salah satu model pencarian obat baru yang umum dilakukan guna mendapatkan obat yang lebih baik dan juga ekonomis. Sintesis obat dapat melalui berbagai cara reaksi seperti penggabungan molekul, perubahan gugus fungsi atau penutupan obat baru dapat berasal dari hewan, tumbuhan, mikroba, atau bahan sintesa (Susilowati, 2006). Pada proses sintesis terdapat proses refluks dimana pada proses refluks ini bertujuan untuk mempercepat reaksi dengan jalan pemanasan tetapi tidak akan mengurangi jumlah zat yang ada (Fatimura, 2014).

Glukosa merupakan salah satu karbohidrat penting yang digunakan sebagai sumber tenaga. Glukosa dapat diperoleh dari makanan yang mengandung karbohidrat. Glukosa berperan sebagai molekul utama bagi pembentukan energi di dalam tubuh, sebagai sumber energi utama bagi kerja otak dan sel darah merah (Marks, D. B, 2006). Glukosa merupakan kelompok senyawa karbohidrat sederhana atau monosakarida. Glukosa berfungsi sebagai sumber energi untuk sel-sel otak, sel saraf, dan sel darah merah. Darah manusia mengandung glukosa dalam konsentrasi tetap yaitu 70-100 mg/dL. Dalam keadaan kekurangan gula darah disebut hipoglikemi yang dapat menyebabkan tubuh tidak mendapat sumber energi, hingga dapat menyebabkan kematian. Sedangkan dalam keadaan kelebihan gula darah disebut dengan hiperglikemi, yang dapat menyebabkan penyakit diabetes. Secara global, menurut WHO sekitar 422 juta orang dewasa pada tahun 2014 menderita diabetes dan pada tahun 2015 sebanyak 1,6 juta penderita meninggal. Selain itu diabetes dapat meningkatkan resiko penyakit

jantung, kebutaan, stroke, serta gagal ginjal. Sehingga dibutuhkan sensor untuk dapat mendeteksi kadar glukosa (Hafida dkk, 2018)

Kadar glukosa yang tinggi dalam darah merupakan indikator seseorang sakit diabetes mellitus. Hasil penelitian secara menyeluruh di dunia lebih dari 30 juta orang penderita diabetes mellitus. Penentuan kandungan glukosa dalam darah adalah tes yang dapat diperlukan untuk diagnosis diabetes mellitus. Disamping kontrol diabetes, alat yang sama memberikan janji yang besar untuk aplikasi penting lain yaitu monitoring bioproses analisis makanan. Berangkat dari fenomena diatas, penelitian yang mengarah kepada pengembangan sensor untuk penentuan glukosa masih sangat diperlukan. Dengan mengeksplorasi bahan-bahan baru sebagai material sensor akan memberikan perkembangan ilmu pengetahuan khususnya di bidang sensor (Asnawati dkk, 2013).

Diabetes mellitus (DM) merupakan salah satu penyakit dengan jumlah penderita terbanyak diseluruh dunia. Menurut data dari *World diabetes Federation*, terdapat 194 juta orang penderita DM di seluruh dunia tahun 2009 dan terdapat 8,4 juta orang penderita DM di Indonesia. Keterlambatan memeriksakan kadar gula darah menjadi salah satu penyebab tingginya angka penderita DM. Selama ini diagnosa DM memang berdasarkan pada perhitungan kadar glukosa dalam darah, sementara ada satu senyawa yang juga dapat meningkat produksinya pada penderita DM, yaitu aseton (Handayani, 2008).

Pengukuran gula darah dapat dilakukan dengan menggunakan dua metode, yaitu dengan *invasive* dan *non-invasive*. Pengukuran kadar gula darah secara *invasive* umumnya menggunakan sampel darah. Pengambilan sampel darah

dengan tusukan jarum mengakibatkan infeksi. Hal ini mendorong dikembangkannya metode lain yang lebih efektif dan tanpa efek samping. Pengukuran kadar gula darah secara *non-invasive* biasanya dilakukan menggunakan sampel urine, air ludah, keringat, dan air mata. Ada beberapa metode *non-invasive* untuk pengukuran kadar gula seperti spektroskopi inframerah dan spektroskopi Raman. Pengukuran dengan spektroskopi Raman dapat dilakukan langsung pada cairan tubuh, namun kurang efisien digunakan karena pengukuran membutuhkan waktu yang lama akibat rendahnya intensitas hamburan tak elatisnya (Ellis, 2006).

Pada saat-saat tertentu dimana penderita diabetes takut untuk mengecek kadar gula darahnya secara *invasive* dikarenakan penderita tersebut *phobia* terhadap darah. Penggunaan jarum suntuk pada saat pemeriksaan kadar gula darah juga bisa menyebabkan infeksi bagi penderitanya, infeksi terjadi karena kurangnya insulin pada penderita diabetes mellitus (Suyono dkk, 2019).

Pemeriksaan glukosa darah dapat menggunakan dua alat yaitu Glukometer (POCT) dan spektrofotometer. Kelebihan dari alat Glukometer (POCT), yaitu mudah digunakan, dapat dilakukan oleh perawat, pasien, dan keluarga untuk *monitoring* pasien, volume sampel yang dipakai lebih sedikit, bisa dilakukan *bed side*, alat lebih kecil sehingga tidak perlu ruangan khusus, dan bisa dibawa/*mobile*. Adapun kekurangan dari alat POCT ini presisi dan akurasi kurang baik bila dibandingkan dengan metode rujukan (spektrofotometer), kemampuan pengukuran terbatas, hasil dipengaruhi oleh suhu, hematokrit dan dapat terinterferensi dengan zat tertentu, pra analitik sulit di kontrol bila yang melakukan bukan orang yang

kompeten, pemantapan mutu internal kurang diperhatikan dan sulit terdokumentasi, hasil sulit terdokumentasi terutama bila dilakukan dirumah (Menkes, 2010).

Di lain pihak, spektrofotometer sering digunakan di laboratorium klinik karena dianggap sebagai alat yang paling tepat untuk menggambarkan kadar glukosa darah. Tak heran spektrofotometer dijadikan sebagai standar pemeriksaan kadar glukosa darah. Pengukuran glukosa darah dengan spektrofotometer menggunakan prinsip enzimatik yang lebih spesifik untuk glukosa, yaitu perubahan enzimatik glukosa menjadi produk dihitung berdasarkan reaksi perubahan warna (kolorimetri) sebagai reaksi terakhir dari serangkaian reaksi kimia (Firgiansyah, 2016).

Dalam penelitian ini senyawa yang digunakan dalam detektor glukosa nantinya adalah HPMpFBP. HPMpFBP adalah suatu senyawa yang didapatkan dari proses sintesis yang dilakukan dengan cara mencampurkan bahan-bahan atau zat yang digunakan dalam memperoleh HPMpFBP. HPMpFBP sering disebut dengan *1-Phenyl-3-Methyl-4-Fluorobenzoyl-5-Pyrozolone*, dimana bahan utama dari sintesis HPMpFBP adalah *1-Phenyl-3-Methyl-5-Pyrozolone* dan *4-Fluorobenzoyl chloride*. Pencampuran bahan ini nantinya akan dihasilkan suatu senyawa atau sampel yang disebut dengan HPMpFBP. Dalam proses sintesis HPMpFBP ini dilakukan dengan beberapa metode yang akan digunakan dalam proses sintesis. Dalam penelitian ini, penulis membuat suatu sampel atau senyawa baru yang bernama HPMpFBP dan melakukan karakterisasi menggunakan teknik *non-invasive*, yaitu dengan menggunakan alat Spektroskopi Raman, NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) dan FTIR. Sebelumnya HPMpFBP telah

dilakukan sintesis oleh Mustaffa dkk (2011) namun sampel HPMpFBP belum dilakukan karakterisasi sehingga tidak diketahui berapa panjang gelombang, pergeseran kimia, dan gugus fungsi yang terdapat dari sampel. Kemudian Meera R., et al (2004) dan Remya P. N., et al (2006) juga telah melakukan sintesis dan karakterisasi sampel HPMpFBP menggunakan Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), dan FTIR. Namun Meera R., et al (2004) dan Remya P. N., et al (2006) tidak menggunakan Spektroskopi Raman sebagai pembanding antara bahan utama yaitu PMP (*1-phenyl-3-methyl-5-pyrozolone*) dengan HPMpFBP setelah ditambahkan dengan bahan lainnya. Pada penelitian ini penulis dibantu oleh tim untuk melakukan sintesis sampel HPMpFBP untuk memperoleh hasil sintesis yang maksimal.

Dari proses sintesis dan karakterisasi menggunakan alat Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*), dan FTIR, diharapkan bisa memperoleh informasi dari sampel HPMpFBP yang digunakan. Kemudian dari proses karakterisasi ini akan mendapatkan informasi tentang panjang gelombang, pergeseran kimia dan gugus fungsi dari sampel HPMpFBP yang digunakan untuk tahap selanjutnya. Kemudian penelitian ini juga dilatar belakangi oleh pentingnya pengukuran kadar glukosa dalam darah untuk mengontrol kadar gula darah dengan ketelitian yang tinggi dan akurat. Penelitian ini juga bertujuan untuk membantu tenaga kesehatan dalam mempermudah pendeteksian gula darah pasien yang mengidap gula darah yang berlebih, sehingga apakah sampel ini bisa digunakan untuk kepentingan laboratorium klinik atau rumah sakit guna kepentingan analisis suatu penyakit. Kemudian sampel

HPMpFBP ini nantinya akan dipergunakan sebagai bahan detektor glukosa guna kepentingan laboratorium klinik atau rumah sakit untuk memantau kadar glukosa yang diderita oleh pasien yang mengidap penyakit glukosa darah yang berlebih atau sering disebut dengan penyakit diabetes mellitus.

### **B. Rumusan Masalah**

1. Bagaimana senyawa HPMpFBP dapat dihasilkan dari sintesis senyawa antara *1-phenyl-3-methyl-4-fluorobenzoyl-5-pyrazolone*?
2. Apakah senyawa HPMpFBP memiliki panjang gelombang, pergeseran kimia, dan gugus fungsi yang berbeda sebelum dan setelah di sintesis?

### **C. Batasan Masalah**

Agar penelitian yang dilakukan lebih terarah maka peneliti merasa perlu membatasi masalah dalam penelitian ini. Sebagai pembatasannya adalah perbandingan dan persamaan besarnya nilai panjang gelombang, pergeseran kimia, dan gugus fungsi dari sampel HPMpFBP yang telah dilakukan sebelumnya oleh peneliti lain dengan nilai/besarnya panjang gelombang, pergeseran kimia, dan gugus fungsi yang didapat oleh penulis.

### **D. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menghasilkan senyawa HPMpFBP dari proses sintesis *1-phenyl-3-methyl-4-fluorobenzoyl-5-pyrazolone*.
2. Dapat mengetahui senyawa HPMpFBP memiliki panjang gelombang, pergeseran kimia, dan gugus fungsi yang baru setelah di sintesis.

### **E. Manfaat Penelitian**

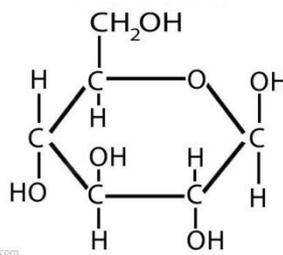
Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi kepada :

1. Peneliti, sebagai syarat untuk menyelesaikan program studi fisika S1 dan pengembangan diri dalam bidang penelitian fisika.
2. Jurusan fisika, sebagai instrumen yang dapat digunakan pada laboratorium fisika khususnya laboratorium elektronika dan instrumentasi.
3. Peneliti lain, sebagai acuan dalam pembuatan detektor glukosa berbasis senyawa HPMpFBP.
4. Pembaca, untuk menambah pengetahuan dan memperluas wawasan dalam bidang kajian elektronika.

## BAB II KERANGKA TEORITIS

### A. Glukosa (Diabetes Mellitus)

Glukosa merupakan salah satu karbohidrat penting yang digunakan sebagai sumber tenaga. Glukosa dapat diperoleh dari makanan yang mengandung karbohidrat. Glukosa berperan sebagai molekul utama bagi pembentukan energi di dalam tubuh, sebagai sumber energi utama bagi kerja otak dan sel darah merah (Marks, D.B, 2006). Glukosa merupakan sumber energi utama bagi tubuh. Namun penggunaan glukosa secara berlebihan pun akan memberikan dampak negatif bagi tubuh, seperti kebutaan, gagal ginjal, kerusakan saraf periferal serta diabetes. Oleh karena itu, pengontrolan penggunaan glukosa sangat penting dilakukan terutama bagi penderita diabetes. Glukosa memiliki rumus kimia  $C_6H_{12}O_6$ .



Gambar 1. Struktur kimia dari Glukosa

Glukosa merupakan kelompok senyawa karbohidrat sederhana atau monosakarida. Glukosa berfungsi sebagai sumber energi untuk sel-sel otak, sel saraf, dan sel darah merah. Darah manusia mengandung glukosa dalam konsentrasi tetap yaitu 70-100 mg/dL. Dalam keadaan kekurangan gula darah disebut hipoglikemi yang dapat menyebabkan tubuh tidak mendapat sumber energi, hingga dapat menyebabkan kematian. Sedangkan dalam keadaan kelebihan gula darah disebut dengan hiperglikemi, yang dapat menyebabkan penyakit diabetes. Secara global,

menurut WHO sekitar 422 juta orang dewasa pada tahun 2014 menderita diabetes dan pada tahun 2015 sebanyak 1,6 juta penderita meninggal. Selain itu diabetes dapat meningkatkan resiko penyakit jantung, kebutaan, stroke, serta gagal ginjal. Sehingga dibutuhkan sensor untuk dapat mendeteksi kadar glukosa (Hafida dkk, 2018).

Kadar glukosa yang tinggi dalam darah merupakan indikator seseorang sakit diabetes mellitus. Hasil penelitian secara menyeluruh di dunia lebih dari 30 juta orang penderita diabetes mellitus. Penentuan kandungan glukosa dalam darah adalah tes yang dapat diperlukan untuk diagnosis diabetes mellitus. Disamping kontrol diabetes, alat yang sama memberikan janji yang besar untuk aplikasi penting lain yaitu monitoring bioproses analisis makanan. Berangkat dari fenomena diatas, penelitian yang mengarah kepada pengembangan sensor untuk penentuan glukosa masih sangat diperlukan. Dengan mengeksplorasi bahan-bahan baru sebagai material sensor akan memberikan perkembangan ilmu pengetahuan khususnya di bidang sensor (Asnawati dkk, 2013).

Diabetes mellitus (DM) merupakan salah satu penyakit dengan jumlah penderita terbanyak diseluruh dunia. Menurut data dari *World diabetes Federation*, terdapat 194 juta orang penderita DM di seluruh dunia tahun 2009 dan terdapat 8,4 juta orang menderita DM di Indonesia. Keterlambatan memeriksakan kadar gula darah menjadi salah satu penyebab tingginya angka penderita DM. Selama ini diagnosa DM memang berdasarkan pada perhitungan kadar glukosa dalam darah, sementara ada satu senyawa yang juga dapat meningkat produksinya pada penderita DM, yaitu aseton (Handayani, 2008).

Pengukuran kadar gula darah pada penderita *diabetes mellitus* umumnya dilakukan dengan cara menusuk jari atau lengan penderita. Penderita diabetes disarankan untuk mengukur kadar gula tiga sampai empat kali sehari. Penusukan jari atau lengan saat pengujian kadar gula darah sangat tidak nyaman dan seringkali berakibat infeksi karena penderita diabetes tidak memproduksi insulin. Insulin berperan penting dalam menyerap dan mengolah gula di dalam sel-sel tubuh untuk menghasilkan energi (IDF, 2017). Kekurangan energi pada bagian luka atau sel yang rusak dapat menghambat penyembuhan bahkan mengakibatkan infeksi (John, 2011). Besarnya efek samping menunjukkan bahwa pemantauan kadar gula dengan pengambilan darah tidaklah efektif. Oleh karena itu, diperlukan metode pengukuran kadar gula darah alternatif yang bersifat *non-invasive* (tidak merusak) dengan menggunakan cairan tubuh (Sorvoja dkk, 2006).

Teknik yang dipakai dalam alat ukur glukosa adalah spektroskopi Raman, dimana spektroskopi Raman untuk mengukur cahaya yang dihamburkan akibat dari pengaruh osilasi dan rotasi oleh glukosa, spektroskopi foto akustik merupakan teknik pengukuran tekanan gelombang akustik yang dibuat dari pemanasan pada luasan sampel tertentu. Perubahan hamburan dan polarisasi merupakan teknik untuk mengukur perubahan sifat hamburan dan polarisasi yang disebabkan oleh glukosa. Interferometri pulsa femto sekon merupakan metode untuk menentukan konsentrasi glukosa dengan mengukur kelompok indeks bias dari larutan glukosa menggunakan keterlambatan waktu dalam orde femto sekon pada metode *time of flight* dengan interferometri pulsa femto sekon (Hori dkk, 2005).

Pendeteksian kadar glukosa dalam air destilasi menggunakan serat optik berbasis sensor pergeseran telah dikembangkan oleh Yasin dkk, 2010 dengan menggunakan *probe* bundel. Analisis hasil didasarkan tegangan puncak serta pergeseran posisi puncak grafik hubungan antara tegangan luaran detektor terhadap pergeseran cermin datar akibat perubahan konsentrasi larutan glukosa sebagai medium.

Asnawati dkk, pada tahun 2013 menyatakan bahwa karakterisasi biosensor dengan menggunakan material FcGOxCP/GOx/CA terhadap glukosa dengan koefisien regresi sebesar 0,996 dengan *linear range* 0,1-3 mM; limit deteksi sebesar 0,01 mM; sensitivitas sebesar 0,989  $\mu\text{A}/\text{mM}$ ; reproduisibilitas sebesar 0,07-0,3%; *lifetime* 1 hari. Sedangkan Intan Frina Utamiyanti dkk, pada tahun 2016 menyatakan bahwa material yang dapat digunakan untuk mendeteksi glukosa yaitu material SiO<sub>2</sub>-CuO(B), dengan nilai kepekaan dan batas deteksi yang dihasilkan dari material SiO<sub>2</sub>-CuO(B) yaitu sebesar 0,7691  $\mu\text{A}/\text{mM}$  dan 0,1607 mM. Sedangkan pada tahun 2014, Siti Nur Akmar Mohd Yazid dkk melakukan review beberapa bahan biosensor glukosa dimana yang dipakai adalah metode elektrokimia yang paling sering digunakan, dimana zinc oxide dan nickel oxide memiliki titik isoelektrik tinggi (IEP) tinggi mungkin merupakan grafena yang paling sesuai sebagai bahan elektroda untuk biosensor glukosa. Selain itu, IEP zinc oxide dan nickel oxide yang tinggi memberikan permukaan yang lebih baik untuk imobilisasi glukosa.

Pada tahun 2017, Roekmono dkk melakukan uji deteksi kadar glukosa dalam darah menggunakan metode Raman dengan hasil hamburan Raman pada

1121  $\text{cm}^{-1}$  menghasilkan pengukuran dengan korelasi linear yang tinggi dan sensitivitas yang baik. Shafer-Paltier dkk (2003) telah melakukan pengukuran Raman dengan bantuan partikel nano plasmonik (*Surface-Enhanced Raman Spectroscopy, SERS*) untuk mengidentifikasi spektrum Raman dari glukosa. Penciri spektrum Raman dari glukosa ditunjukkan dengan hamburan yang kuat untuk frekuensi (1109, 1121, 1346, dan 1461)  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan penciri spektrum dengan intensitas hamburan Raman medium ditunjukkan pada frekuensi (1022, 1075, 1150, 1273, 1332, 1374)  $\text{cm}^{-1}$ .

### **1. Sensor Glukosa**

Sensor adalah suatu piranti yang dapat mengubah besaran fisis menjadi besaran listrik. Menurut Fraden (2003: 20) "*A sensor is a device that receives a stimulus and responds with an electrical signal. The stimulus is the quantity, property, or condition that is sensed and converted into electrical signal*". Sensor adalah sebuah perangkat yang menerima stimulus dan direspon dengan suatu sinyal listrik. Stimulus yaitu sebuah nilai properti atau kondisi yang di rasakan dan di ubah kedalam sinyal listrik. Sebuah sensor dapat dirancang berbagai sistem yang dapat bekerja secara otomatis dan mampu menganalisa fenomena-fenomena yang terjadi dialam, baik itu untuk pengukuran maupun untuk pengontrolan.

Menurut Jacob Fraden dalam buku *Hanbook of Modern detetektor Fifth Edition* menyatakan bahwa sensor dengan detektor memiliki arti yang sama. Namun, detektor lebih dititik beratkan pada pengukuran kualitatif daripada kuantitatif. Gabungan beberapa detektor dan bekerja sama dengan pengkondisi sinyal, prosesor, dan perangkat lain akan menghasilkan sinyal output berupa

listrik yang selanjutnya sistem tersebut dinamakan sensor. Misalnya, PIR (*Passive Infrared*) *detector* yang digunakan untuk menunjukkan keberadaan gerakan manusia tetapi tidak dapat mengukur arah, kecepatan, atau percepatan. Detektor berperan untuk memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang. Detektor adalah suatu sensor elektronik yang dapat berfungsi mengubah sinyal gas pembawa dan komponen-komponen di dalamnya menjadi sinyal elektronik.

Perangkat untuk memonitoring glukosa darah secara berkala merupakan fokus utama yang banyak diteliti dalam manajemen diabetes. Kemajuan teknologi dalam komunikasi dan sensor jaringan nirkabel telah memunculkan *Wearable sensor* yang merupakan *Wireless Sensor Networks* (WSNs) atau jaringan sensor nirkabel dengan nodus sensor cerdas yang menjadi teknologi dalam aplikasi yang cukup luas. Desain sensor nodus dengan biaya yang rendah, bentuk kecil dan ringan yang secara strategi dapat dimasukkan dalam tubuh manusia, membentuk area jaringan tubuh nirkabel atau *wireless body area network* (WBAN) untuk memantau berbagai tanda fungsi vital dalam jangka waktu yang lama dan menyediakan *real-time feedback* bagi pengguna dan staf medik. Sensor ini digunakan untuk mengumpulkan data fisiologi pasien dan mengirimkannya ke *Intelligent Personal Digital Assistant* (IPDA) dan untuk kepentingan medik menggunakan teknologi komunikasi seperti *mobile phone*, PDA, *General Packet Radio Service* (GPRS), 3G dan *Internet* (Abidoye et al, 2011).

*Wearable sensor* telah banyak dikembangkan di negara-negara maju sebagai sistem monitoring untuk memantau perawatan kesehatan (*health care*)

jarak jauh salah satunya pada kasus diabetes mellitus. Sehingga memungkinkan kontrol dan melacak kondisi pasien di kota ataupun di daerah menggunakan intranet atau internet, mengurangi stres dan ketegangan penyedia perawatan, mencegah *medical error*, mengurangi kelebihan beban kerja dan meningkatkan efisiensi staf serta meningkatkan kenyamanan pasien (Abidoeye et al, 2011). pada kasus diabetes mellitus, WBAN dapat digunakan dengan cara yang lebih efektif dengan berkurangnya tindakan invasif dan metode yang akurat untuk monitoring kadar glukosa dalam darah.

Penerapan WSNs pada penderita DM dilakukan untuk memonitoring glukosa darah secara terus menerus. Perangkat *Continuous Glucose Monitoring* (CGM) biasanya terdiri dari ; sensor glukosa yang secara kontinu mengukur data fisiologis (darah atau cairan interstinal) tingkat glukosa, proses elektronik unit yang dikomunikasikan menggunakan *wireless* dengan sensor glukosa dan unit dari data display. Data ini kemudian digunakan untuk menentukan apakah pasien memerlukan insulin. Pada sistem CGM, pengiriman insulin dan glukagon akan digunakan. Melalui algoritme spesifik pasien, ketepatan dosis dari insulin atau glukagon akan diberikan berdasarkan *feedback* proses unti elektronik (Vaddiraju, 2010).

## **B. Proses Sintesis**

Dalam ilmu kimia, sintesis kimia adalah kegiatan melakukan reaksi kimia untuk memperoleh suatu produk kimia ataupun beberapa produk. Hal ini terjadi berdasarkan peristiwa fisik dan kimia yang melibatkan satu reaksi atau

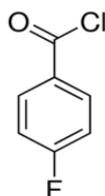
lebih. Sintesis kimia adalah suatu proses yang dapat direproduksi selama kondisi yang diperlukan terpenuhi. Sintesis kimia dimulai dengan pemilihan senyawa kimia yang biasa dikenal dengan sebutan reagen atau reaktan. Proses ini membutuhkan pengadukan dan dilakukan di suatu wadah reaksi seperti reaktor kimia atau sebuah labu reaksi sederhana.

Beberapa reaksi membutuhkan prosedur tertentu sebelum menghasilkan produk yang diinginkan. Jumlah produk yang dihasilkan dalam suatu sintesis kimia dikenal dengan istilah perolehan reaksi (*yield*). Umumnya, perolehan reaksi dinyatakan sebagai berat dalam satuan gram atau sebagai persentase dari jumlah produk yang secara teoretis dapat dihasilkan. Dalam suatu sintesis kimia, terdapat kemungkinan adanya reaksi samping yang menghasilkan produk yang tidak diinginkan. Reaksi samping menyebabkan turunnya perolehan produk yang diinginkan. Bila menginginkan produk dengan kemurnian yang tinggi, tahap pemurnian perlu dilakukan dengan melakukan proses pemisahan.

Untuk menciptakan senyawa yang baru memerlukan suatu proses modifikasi struktur kimia melalui reaksi kimia dengan salah satu cara yaitu sintesis yang diharapkan akan membentuk suatu senyawa baru serta memiliki aktivitas farmakologis lebih tinggi dibandingkan dengan senyawa induknya (Purwanto, 2013). Sintesis adalah salah satu model pembentukan suatu obat atau senyawa baru dengan maksud dan tujuan mendapatkan aktivitas yang lebih baik dengan harga yang ekonomis. Sintesis senyawa dapat dilakukan dengan memodifikasi struktur dari senyawa turunannya misalkan turunan asam silsilat dengan mengubah gugus karboksil melalui jembatan garam, ester, atau amida;

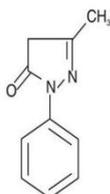
modifikasi pada gugus karboksil dan hidroksil; substitusi pada gugus hidroksil; memasukkan gugus hidroksil atau gugus yang lain pada cincin aromatik atau dengan mengubah gugus fungsional (Tamayanti, 2016).

Bahan utama yang digunakan dalam proses sintesis adalah *4-fluorobenzoyl chloride*. *4-flourobenzoyl chloride* merupakan senyawa turunan asam benzoat, senyawa ini dapat digunakan sebagai dasar penambahan gugus asil dalam alkohol, fenoldan amina. Struktur kimia dari 4-fluorobenzoyl klorida yaitu  $C_7H_4ClFO$  dengan berat molekul 158,56 (Hocho dan Ku. 2015). Titik didih 481,99 (K), titik lebur 287,53 (K), dan kepadatan 39,41 (Bar) di 682,73(K) (Chem Draw Ultra. 12). struktur kimia dari *4-flourobenzoyl chloride* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur kimia *4-flourobenzoyl chloride*

Untuk senyawa *1-phenyl-3-methyl-5-pirozalone* struktur kimia  $C_{10}H_{10}N_2O$  dengan berat molekul 174.2, titik didih 549<sup>0</sup>F pada 105 mm Hg, titik leleh 261<sup>0</sup>-266<sup>0</sup>F. untuk struktur dari *1-phenyl-3-methyl-5-pirazolone* dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur kimia *1-phenyl-3-methyl-5-pirazolone*

Dalam laboratorium sering digunakan bahan-bahan pencampur yang ditambahkan dengan zat-zat atau cairan yang akan dianalisis. Agar zat-zat atau cairan tersebut dapat tercampur dengan sempurna (homogen) maka akan diperlukan alat pengaduk. Salah satu alat yang dapat digunakan untuk mengaduk larutan tersebut adalah *magnetic stirrer*.

Salah satu mesin pengaduk elektronik yang sering digunakan di laboratorium penelitian, terutama penelitian yang menggunakan cairan/zat kimia, adalah *magnetic stirrer*. Laboratorium teknik kimia (bidang biokimia) menggunakan *magnetic stirrer* yang dimanfaatkan antara lain untuk menghasilkan pencampuran homogen pada kultur sel (Nazdah, 2006). *magnetic stirrer* juga digunakan di laboratorium fisika material, antara lain dalam proses pelapisan kaca ITO (*indium tin oxide*) dengan senyawa  $\text{TiO}_2$  untuk menghasilkan material semikonduktor yang akan digunakan sebagai peranti sel surya (Andari, 2011).



Gambar 4. *Magnetic stirrer*

*Magnetic stirrer* merupakan salah satu alat laboratorium yang digunakan untuk mengaduk/mencampur suatu larutan dengan larutan yang lainnya sehingga larutan tersebut bersifat homogen. Biasanya alat *magnetic stirrer* dioperasikan oleh laboran untuk menganalisis sampel yang berupa larutan. Dalam proses

pengadukan/pencampuran tersebut, petugas laboran hanya mengatur kecepatan putaran (pengadukan) dan menunggu proses tersebut selama 10 menit hingga 60 menit (Irsyad dkk, 2016).

*Magnetic Stirrer* juga dikembangkan dan dirancang dengan sistem pengaduk yang diputar oleh motor DC dan magnet yang berputar diletakkan di dalam wadah (*chamber*) (Barsoum & Moidi, 2014). Alat *Magnetic Stirrer* dengan pengaturan kecepatan pengaduk dan pengaturan waktu ini dapat melakukan pengadukan sampel dengan kecepatan pengaduk hingga 3000 rpm dan pengatur waktu selama 60 menit. Pada riset ini, hanya sebatas membuat alat pengaduk dengan pengaturan waktu dan kecepatan menggunakan potensiometer (Irsyad dkk, 2016).

*Magnetic stirrer* yang tersedia di pasaran ada yang sudah dilengkapi dengan lempeng pemanas (*hot plate*) sehingga proses untuk mempercepat pelarutan atau pencampuran dapat dilakukan dengan dua mekanisme sekaligus, yaitu pengadukan dan pemanasan. Pada alat tersebut terdapat tombol putar (untuk memilih kecepatan putar pengaduk), biasanya antara 60 rpm-1500 rpm dan tombol temperatur (untuk memilih temperatur yang diperlukan saat pengadukan).

Setelah kecepatan putar dipilih dan alat dinyalakan (ON), pengaduk berputar secara terus menerus, dan baru berhenti jika arus listrik diputus oleh pengguna dengan menekan tombol OFF. Oleh sebab itu, pengguna harus menunggu proses tersebut selama waktu yang diperlukan dengan menggunakan *stopwatch*. Waktu pengadukan yang diperlukan biasanya berkisar antara 30 menit hingga dua jam. Sebagai contoh untuk mendapatkan hasil mikrostruktur yang

lebih baik pada penelitiannya Yusuf, dkk pada tahun 2010 membutuhkan waktu pengadukan selama 2 jam. Pada penelitian lain, Pratiwi pada tahun 2012 juga membutuhkan waktu pengadukan 2 jam untuk mengetahui karakteristik *greasae* minyak jelantah.

### **1. Proses Refluks**

Refluks merupakan metode pemanasan berulang pada proses kimia. Metode refluks mampu mengubah fasa mineral alumina dan silika menjadi zeolit dimana semakin lama waktu refluks menyebabkan semakin banyak jenis zeolit yang terbentuk. Penggunaan larutan NaOH sebagai aktivator dalam pelarutan garam silika dan alumina akan menghasilkan zeolit dengan tipe yang berbeda (Sunardi dkk, 2007). Refluks yaitu ekstraksi dengan pelarut pada temperatur titik didihnya, selama waktu tertentu dengan jumlah pelarut terbatas yang relatif konstan dan adanya pendingin balik. Ekstraksi dapat berlangsung dengan efisien dan senyawa dalam sampel secara lebih efektif dapat ditarik oleh pelarut (Susanty, Fairus Bachmid, 2016).

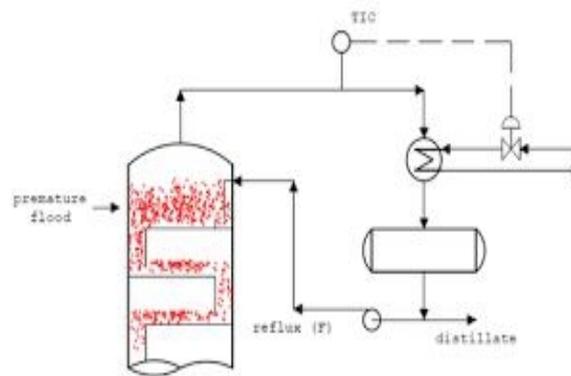
Refluks merupakan proses yang harus dilalui agar reaksi yang terjadi dapat berjalan lebih cepat dan sempurna, sehingga diperoleh hasil dengan rendemen yang cukup baik (Purwono dkk, 2013). Umumnya refluks dilakukan pada reaksi yang lambat terbentuk produk. Refluks dilakukan menggunakan seperangkat alat refluks (Gambar 3 (a)), dua bahan atau lebih yang akan direaksikan biasanya termasuk katalis dan batu didih dimasukkan ke dalam labu alas bulat (leher satu, dua atau tiga tergantung kebutuhan). Labu kemudian disambungkan dengan selang untuk air pendingin. Setelah alat terpasang semua, labu dipanaskan sampai

campuran mendidih. Uap pelarut atau uap campuran akan naik sampai pendingin bola, dan akan terkondensi kembali ke dalam labu. Begitu seterusnya sampai beberapa menit atau beberapa jam sampai diperoleh hasil yang diinginkan.

Refluks adalah penyarian yang termasuk dalam metode berkesinambungan, cairan penyari secara kontinyu memberi zat aktif dalam simplisia. Cara ini digunakan untuk simplisia yang kandungan zat aktifnya tahan terhadap pemanasan. Pemanasan dimaksudkan untuk mempermudah cairan penyari menembus dinding sel simplisia karena dengan pemanasan sel simplisia mengalami pengembangan sehingga rongga-rongga selnya terbuka dengan demikian pelarut mudah mencapai zat aktif di dalam sel dan diluar sel cepat tercapai dan menyebabkan proses ekstraksi cepat tercapai pula. Selain itu pemanasan dapat diekstraksi dengan cara ini adalah yang mempunyai tekstur yang keras seperti akar, batang, kulit batang (Sudjadi, 1986).

Proses refluks adalah teknik distilasi yang melibatkan kondensasi uap dan sebaliknya kondensat ini ke dalam sistem asalnya. Ini digunakan dalam distilasi industri dan laboratorium. Refluks juga digunakan dalam bidang kimia untuk memasok energi pada reaksi untuk waktu yang panjang. Fungsi refluks, adalah memperbesar  $L/V$  di *enriching section*, sehingga mengurangi jumlah *equilibrium stage* yang diperlukan untuk *product quality* yang ditentukan, atau, dengan jumlah *stage* yang sama, akan menghasilkan *product quality* yang lebih baik dengan menggandakan kontak kembali antara cairan dan uap agar panas yang digunakan efisien.

Refluks/destruksi ini bisa dimasukkan dalam macam-macam destilasi walau pada prinsipnya agak berkelainan. Refluks dilakukan untuk mempercepat reaksi dengan jalan pemanasan tetapi tidak akan mengurangi jumlah zat yang ada. Dimana pada umumnya reaksi - reaksi senyawa organik adalah lambat maka campuran reaksi perlu dipanaskan tetapi biasanya pemanasan akan menyebabkan penguapan baik pereaksi maupun hasil reaksi. Karena itu agar campuran tersebut reaksinya dapat cepat, dengan jalan pemanasan tetap jumlahnya tetap reaksinya dilakukan secara refluks. Pada proses pemisahan secara distilasi, peningkatan efisiensi pemisahan dapat dilakukan dengan cara mengalirkan kembali sebagian produk hasil puncak atau hasil dasar, masuk kembali ke dalam kolom. Cara ini dikenal sebagai operasi distilasi dengan sistem refluks. Secara refluks dimaksudkan untuk memberi kesempatan cairan refluks atau uap refluks untuk mengadakan kontak ulang dengan fasa uap maupun fasa cairannya dalam kolom sehingga secara total, waktu kontak antarfasa semakin lama, perpindahan massa dan perpindahan panas akan terjadi kembali, distribusi suhu, tekanan dan konsentrasi di setiap fasa semakin *uniform*, terwujudnya keseimbangan semakin didekati, peningkatan efisiensi pemisahan dapat ditinjau dari dua sudut pandang. Untuk mencapai kemurnian yang sama, jumlah *stage ideal* yang dibutuhkan semakin sedikit, pada penggunaan jumlah *stage ideal* yang sama, kemurnian produk hasil pemisahan semakin tinggi (Fatimura, 2014: 25-26). Untuk lebih jelas proses refluks dapat dilihat pada Gambar .



Gambar 5. Aliran Refluks (Fatimura, 2014)

Prinsip kerja dari metode ini, yaitu pada rangkaian refluks ini terjadi empat proses, yaitu proses *heating*, *evaporating*, kondensasi dan *cooling*. Heating terjadi pada saat *feed* dipanaskan di labu didih, *evaporating* (penguapan) terjadi ketika *feed* mencapai titik didih dan berubah fase menjadi uap yang kemudian uap tersebut masuk ke kondensor dalam. *Cooling* terjadi di dalam ember, di dalam ember kita masukkan batu es dan air, sehingga ketika kita menghidupkan pompa, air dingin akan mengalir dari bawah menuju kondensor luar, air harus dialirkan dari bawah kondensor bukan dari atas agar tidak ada turbulensi udara yang menghalangi dan agar air terisi penuh. Proses yang terakhir adalah kondensasi (pengembunan), proses ini terjadi di kondensor, jadi terjadi perbedaan suhu antara kondensor dalam yang berisi uap panas dengan kondensor luar yang berisikan air dingin, hal ini menyebabkan penurunan suhu dan perubahan fase dari *steam* tersebut untuk menjadi *liquid* kembali (Sudjadi, 1986).

Prosedur dari sintesis dengan metode refluks adalah semua reaktan atau bahannya dimasukkan dalam labu bundar leher tiga. Kemudian dimasukkan batang magnet stirer setelah kondensor pendingin air terpasang, campuran diaduk

dan direfluks selama waktu tertentu sesuai dengan reaksinya. Pengaturan suhu dilakukan pada penagas air, minyak atau pasir sesuai dengan kebutuhan reaksi. Pelarut akan mengekstraksi dengan panas, terus akan menguap sebagai senyawa murni dan kemudian terdinginkan dalam kondensor, turun lagi ke wadah, pengekstraksi lagi. Demikian seterusnya berlangsung secara berkesinambungan sampai penyaring sempurna. Penggantian pelarut dilakukan sebanyak 3 kali setiap 2-4 jam. Filtrat yang diperoleh dikumpulkan dan dipekatkan, gas  $N_2$  dimasukkan pada salah satu leher dari labu bundar. Dilakukan dengan menggunakan alat destilasi, dengan meredam simplisia dengan pelarut/solven dan memanaskannya hingga suhu tertentu. Pelarut yang menguap sebagian akan mengembang kembali kemudian masuk ke dalam campuran simplisia kembali, dan sebagian ada yang menguap (Sudjadi, 1986).

Secara refluks dimaksudkan untuk memberi kesempatan cairan refluks dan/atau uap refluks untuk mengadakan kontak ulang dengan fasa uap maupun fasa cairannya dalam kolom sehingga:

- a. Secara total, waktu kontak antarfasa semakin lama,
- b. Perindahan massa dan perpindahan panas akan terjadi kembali,
- c. Distribusi suhu, tekanan dan konsentrasi di setiap fasa semakin uniform,
- d. Terwujudnya keseimbangan semakin didekati.

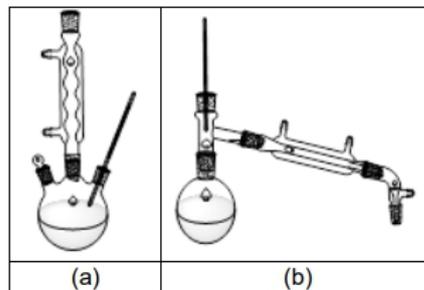
Peningkatan efisiensi pemisahan dapat ditinjau dari dua sudut pandang:

- a) Untuk mencapai kemurnian yang sama, jumlah stage ideal yang dibutuhkan semakin sedikit,

- b) Pada penggunaan jumlah stage ideal yang sama, kemurnian produk hasil pemisahan semakin tinggi.

(Fatimura, 2014)

Destilasi adalah proses memisahkan campuran dengan dasar perbedaan titik didi. Alat untuk destilasi salah satunya dapat digambarkan pada (Gambar 5b). beberapa macam destilasi yaitu destilasi biasa, destilasi fraksinasi, destilasi vakum dan lain-lain (Vogel dkk, 1996). Pada destilasi biasa (tekanan ruang) campuran dimasukkan pada labu alas bulat yang berisi batu didih, kemudian labu disambung dengan konektor dan pendingin lurus. Ujung pendingin disambungkan dengan konektor yang tersambung ke kolektor berupa labu jantung atau erlenmeyer untuk menampung hasil destilasi. Untuk lebih mengenal dari alat dari refluks dan destilasi dapat dilihat pada Gambar 6 dibawah ini.



Gambar 6. (a) Seperangkat alat refluks, dan (b) seperangkat alat destilasi (Supaya,2019)

Destilasi atau penyulingan adalah suatu metode pemisahan bahan kimia menjadi komponen-komponen berdasarkan perbedaan kecepatan atau kemudahan menguap (volatilitas) dari tiap-tiap komponen bahan atau didefinisikan juga teknik pemisahan kimia yang berdasarkan perbedaan titik didih. Destilasi adalah operasi pemisahan komponen-komponen cair dari suatu campuran fase cair,

khususnya yang mempunyai perbedaan titik didih dan tekanan uap yang cukup besar. Perbedaan tekanan uap tersebut akan menyebabkan fase cairnya mempunyai komposisi yang perbedaannya cukup signifikan. Fase uap mengandung lebih banyak komponen yang memiliki tekanan uap rendah, sedangkan fase cair lebih banyak mengandung komponen yang memiliki tekanan uap tinggi (Sudjadi, 1989).

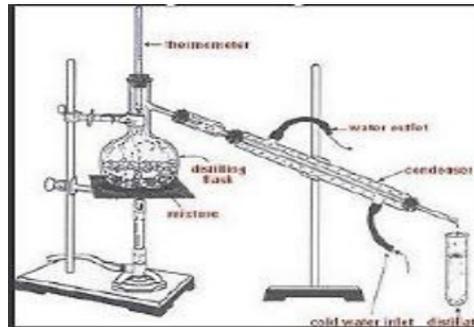
Destilasi merupakan istilah lain dari penyulingan, yakni proses pemanasan suatu bahan pada berbagai temperatur, tanpa kontak dengan udara luar untuk memperoleh hasil tertentu. Penyulingan adalah perubahan bahan dari bentuk cair ke bentuk gas melalui proses pemanasan cairan tersebut, dan kemudian mendinginkan gas hasil pemanasan, untuk selanjutnya mengumpulkan tetesan cairan yang mengembu (Cammack, 2006). Hal-hal yang mempengaruhi proses destilasi adalah jenis larutan, volume larutan, suhu, waktu destilasi dan tekanan. Hasil dari proses destilasi disebut dengan destilat yaitu larutan hasil destilasi yang sudah terkondisi yang berada di penampung yang telah tersedia (Adani dkk, 2017).

Jenis-jenis destilasi yang sudah digunakan secara umum adalah:

#### 1) Destilasi Sederhana

Destilasi sederhana atau destilasi biasa adalah teknik pemisahan kimia untuk memisahkan dua atau lebih komponen yang memiliki perbedaan titik didih yang jauh. Suatu campuran dapat dipisahkan dengan destilasi biasa ini untuk memperoleh senyawa murni. Senyawa yang terdapat dalam campuran akan menguap saat mencapai titik didih

masing-masing (Walangare dkk, 2013). Destilasi sederhana seperti Gambar 7.



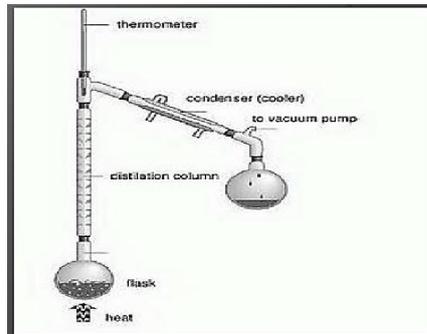
Gambar 7. Destilasi Sederhana (Walangare dkk, 2013)

Teknik destilasi refluks sebenarnya hampir sama dengan destilasi sederhana, yang berbeda terletak pada proses kondensasi yang terjadi secara berulang-ulang (Sangian, 2007).

## 2) Destilasi Bertingkat

Sama prinsipnya dengan destilasi sederhana, hanya destilasi bertingkat ini memiliki rangkaian alat kondensor yang lebih baik, sehingga mampu memisahkan dua komponen yang memiliki perbedaan titik didih berdekatan. Untuk memisahkan dua jenis cairan yang sama mudah menguap dapat dilakukan dengan destilasi bertingkat. Destilasi bertingkat adalah suatu proses destilasi berulang. Proses berulang ini terjadi pada kolom fraksional. Kolom fraksional terdiri atas beberapa plat dimana pada setiap plat terjadi pengembunan. Uap yang naik plat yang lebih tinggi lebih banyak mengandung cairan yang lebih atsiri (mudah menguap) sedangkan cairan yang kurang atsiri lebih banyak kondensat

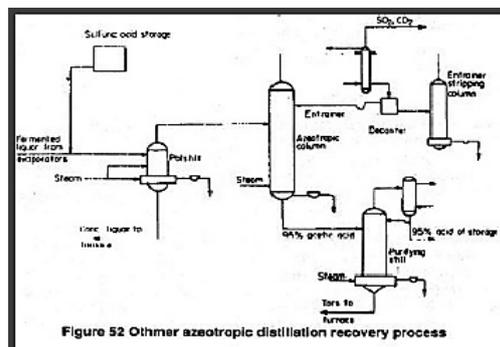
(Walangare dkk, 2013). Gambar destilasi bertingkat dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Destilasi Bertingkat (Walangare dkk, 2013)

### 3) Destilasi Azeotrop

Memisahkan campuran *azeotrop* (campuran dua atau lebih komponen yang sulit dipisahkan), biasanya dalam prosesnya digunakan senyawa lain yang dapat memecah ikatan *azeotrop* tersebut atau dengan menggunakan tekanan tinggi (Walangare dkk, 2013). Destilasi Azeotrop dapat dilihat pada Gambar 9.



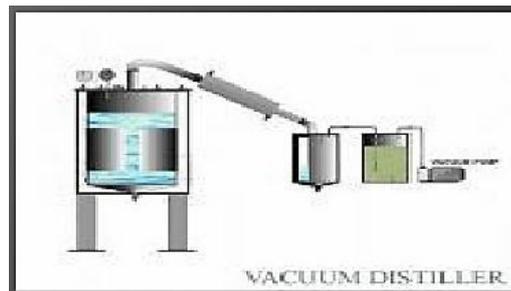
Gambar 9. Destilasi Azeotrop (Walangare dkk, 2013)

### 4) Destilasi Kering

### 5) Destilasi Vakum

Memisahkan dua komponen yang titik didihnya sangat tinggi, metode yang digunakan adalah dengan menurunkan tekanan permukaan

lebih rendah dari 1 atm, sehingga titik didihnya juga menjadi rendah, dalam prosesnya suhu yang digunakan untuk mendestilasinya tidak perlu terlalu tinggi (Walangare dkk, 2013). Destilasi Vakum dapat dilihat pada Gambar 10.



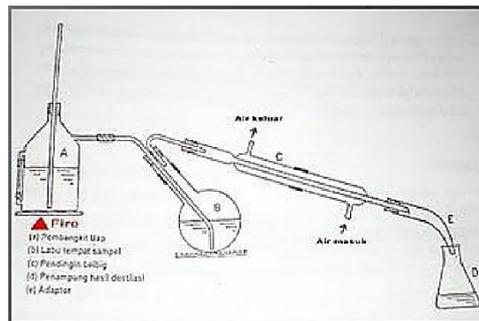
Gambar 10. Destilasi Vakum (Walangare dkk, 2013)

#### 6) Destilasi Uap

Untuk memurnikan zat/senyawa cair yang tidak larut dalam air, dan titik didihnya cukup tinggi, sedangkan sebelum zat cair tersebut mencapai titik didihnya, zat cair sudah terurai, teroksidasi atau mengalami reaksi pengubahan (*rearrangement*), maka zat cair tersebut tidak dapat dimurnikan secara destilasi sederhana atau sederhana atau destilasi bertingkat, melainkan harus didestilasi dengan destilasi dengan destilasi uap. Destilasi uap adalah istilah yang secara umum digunakan untuk destilasi campuran air dengan senyawa yang tidak larut dalam air, dengan cara mengalirkan uap air kedalam campuran sehingga bagian yang dapat menguap berubah menjadi uap pada temperatur yang lebih rendah dari pada dengan pemanasan langsung. Untuk destilasi uap, labu yang berisi senyawa yang akan dimurnikan dihubungkan dengan labu pembangkit uap. Uap air yang dialirkan ke dalam labu yang berisi

senyawa yang akan dimurnikan, dimaksudkan untuk menurunkan titik didih senyawa tersebut, karena titik didih suatu campuran lebih rendah dari pada titik didih komponen-komponennya (Walangare dkk, 2013).

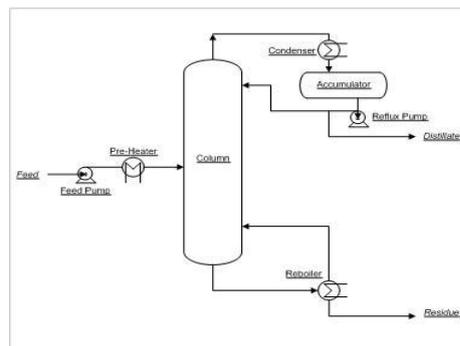
Destilasi uap dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Destilasi Uap (Walangare dkk, 2013)

Kolom destilasi merupakan peralatan proses yang banyak digunakan dalam industri proses termasuk kilang minyak. Kolom destilasi digunakan untuk memisahkan suatu bahan yang mengandung dua atau lebih komponen bahan menjadi beberapa komponen berdasarkan perbedaan volatility (kemudahan menguap) dari masing-masing komponen bahan tersebut (Pfeifer, 2014).

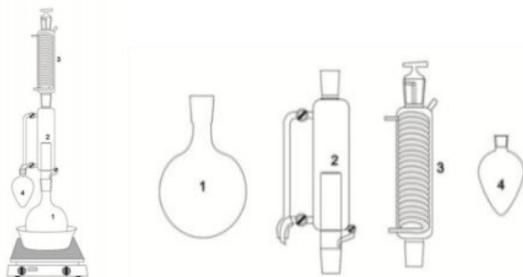
Kolom destilasi merupakan serangkaian peralatan proses yang terdiri dari *preheater*, *column*, *condensor*, *accumulator*, *reboiler* serta peralatan pendukungnya, dengan konfigurasi seperti pada Gambar 12 berikut.



Gambar 12. Rangkaian Peralatan Destilasi (Fatimura, 2014)

Kolom atau sering disebut tower memiliki dua kegunaan, yang pertama untuk memisahkan *feed* (material yang masuk) menjadi dua porsi, yaitu vapor yang naik ke bagian atas (*topoverhead*) kolom dan porsi liquid yang turun ke bagian bawah (*bottom*) kolom; yang kedua adalah untuk menjaga campuran kedua fassa vapor dan liquid (yang mengalir secara counter-current) agar seimbang, sehingga pemisahannya menjadi lebih sempurna. *Overhead vapor* akan meninggalkan bagian atas kolom dan masuk ke *condenser*, *vapor* yang menjadi liquid akan dikumpulkan di *accumulator*. Sebagian liquid dari *accumulator* dikembalikan ke kolom sebagai refluks, sedangkan sebagian lainnya sebagai *overhead product* atau *distillate*. *Bottom liquid* keluar dari bagian bawah kolom dan dipanaskan ke *reboiler*, sebagian *liquid* menjadi *vapor* dan dikembalikan ke kolom, dan sebagian lainnya akan dikeluarkan sebagai *bottom product* atau residu. Ini adalah konfigurasi kolom yang relative sederhana, pada aplikasi yang lebih kompleks, sebagian vapor atau liquid ditarik dari beberapa titik di bagian samping kolom (*side stream*) sebagai *intermediate product* dan/ atau sebagai *reflux* (APV, 2014)

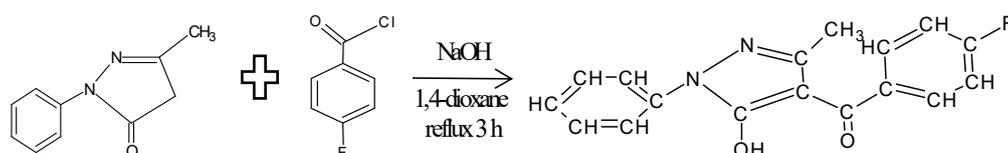
Untuk mendapatkan produk, tidak jarang proses refluks dan destilasi harus dilakukan secara berurutan. Tidak jarang pula dari proses refluks dan destilasi ini memerlukan desain modifikasi alat refluks dan destilasi yang disebut *refdes* yang dapat dilihat pada Gambar 13 dibawah ini.



Gambar 13. Desain dari alat refdes, dimana 1. Labu alas bulat, 2. Konektor khusus (spy konektor), 3. Pendingin spiral, 4. Labu jantung (Supaya, 2019)

Untuk proses sintesis yang akan dilakukan untuk HPMpFBP dilakukan dengan menggunakan beberapa bahan yang berupa zat atau senyawa. Dalam proses sintesis yang akan dilakukan untuk membentuk suatu senyawa baru dari *1-phenyl-3-methyl-4-fluorobenzoyl-5-pyrozolone* (HPMpFBP) yaitu dengan menggunakan bahan-bahannya adalah PMP, *diethylene ether (1,4-dioxane)*, NaOH, *4-fluorobenzoyl*, dan HCL. *Diethylene ether (1,4-dioxane)* adalah cairan tidak berwarna dengan bau manis yang samar-samar mirip dengan dietil eter. *Diethylene ether (1,4-dioxane)* digunakan sebagai pelarut untuk berbagai aplikasi praktis serta di laboratorium, dan juga sebagai stabilisator untuk pengangkutan hidrokarbon terklotisasi dalam wadah aluminium. NaOH (Natrium hidroksida) adalah basa yang paling umum digunakan dalam laboratorium kimia. Natrium hidroksida murni berbentuk putih padat dan tersedia dalam bentuk pelet, serpihan, butiran ataupun larutan jenuh 50 % yang biasa disebut larutan Sorensen. *4-fluorobenzoyl* klorida merupakan senyawa turunan asam benzoat, senyawa ini dapat digunakan sebagai dasar penambahan gugus asil dalam alkohol, fenol dan amina. HCL (Asam klorida) adalah larutan akuatik dari gas hidrogen klorida. HCL adalah asam kuat, dan merupakan komponen utama dalam asam lambung.

Untuk proses yang akan dilakukan yaitu menimbang *1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone* sebanyak 30 g menggunakan neraca dan dimasukkan kedalam labu didih kemudian ditambahkan dengan 1,4 dioxane (*diethylene ether*) sebanyak 180 ml (Mustaffa dkk, 2011) kemudian dipanaskan  $\pm 50^{\circ}\text{C}$  sehingga semua bahan larut menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian menimbang NaOH sebanyak 24 g lalu dimasukkan kedalam labu didih yang telah dipanaskan tadi dan di guncangkan secara kuat menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah semua campuran larut, kemudian ditambahkan *4-fluorobenzoyl* sebanyak 20 ml lalu di campurkan menggunakan *magnetic stirrer* (Mustaffa dkk, 2011). Semua campuran tadi di lakukan proses refluks selama  $\pm 3$  jam sampai titik didih mencapai  $\pm 100^{\circ}\text{C}$ . Kemudian setelah semua bahan selesai di refluks di amkan larutan agar sama dengan suhu ruang. Setelah larutan sama dengan suhu ruang kemudian ditambahkan HCL (2M, 100 ml) kemudian diguncang menggunakan *magnetic stirrer*, setelah semua larut dan menghasilkan layer (endapan) lalu dicuci dengan *aquades* dan *ethanol* sambil di filter sampai air yang keluar jernih kembali (Ahmad Mustaffa dkk, 2011). Setelah difilter di amkan sampai agak kering dan masukkan kedalam *oven*. Untuk struktur dari proses sintesis HPMpFBP dapat dilihat pada Gambar 14.



Gambar 14. Mekanisme reaksi dari HPMpFBP

Hasil sintesis dari senyawa HPMpFBP yang telah dilakukan akan digunakan sebagai bahan detektor glukosa agar mempermudah dalam

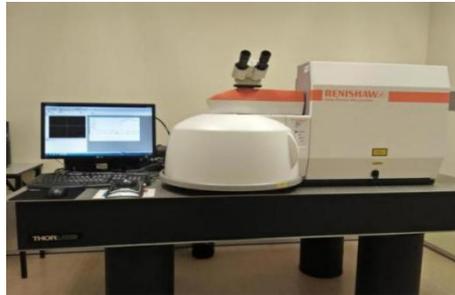
pendektesian kadar glukosa yang diperoleh. Oleh karena itu, untuk mengetahui proses sintesis yang dilakukan sudah tepat dan sudah memperoleh hasil yang diinginkan dilakukanlah proses pengujian atau karakterisasi dengan menggunakan alat yang cocok pula. Untuk melakukan proses karakterisasi, dilakukan dengan uji alat menggunakan Spektroskopi Raman, NMR(*Nuclear Magnetic Resonance*), dan FTIR.

### **C. Karakterisasi HPMpFBP Menggunakan Spektroskopi Raman, Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) dan FTIR**

#### **1. Spektroskopi Raman**

Raman adalah sebuah teknik spektroskopi yang digunakan untuk mengamati mode vibrasional, rotasional, dan mode frekuensi-rendah lainnya dalam suatu sistem. Spektroskopi Raman dapat dimanfaatkan untuk membaca spektrum vibrasional komponen kimia penyusun jaringan biologis. Spektrum yang dihasilkan dapat memperlihatkan konstituen molekuler pada jaringan. Spektroskopi Raman umum digunakan dalam ilmu kimia untuk menyediakan sidik jari yang dengannya molekul dapat diidentifikasi (Moreira et al., 2008). Teknik ini bergantung pada hamburan inelastik, atau hamburan Raman, pada cahaya monokrom, biasanya dari suatu laser dalam rentang kasatmata, dekat inframerah, atau dekat ultraviolet. Cahaya laser berinteraksi dengan vibrasi molekul, fonon atau eksitasi lainnya dalam sistem, menghasilkan energi pada foton laser mengalami pergeseran naik atau turun. Pergeseran energi memberikan informasi tentang mode vibrasional dalam sistem. Spektroskopi

inframerah memberi hasil yang serupa, tetapi mendukung informasi tersebut. Berikut adalah dokumentasi alat Raman yang diambil di laboratorium Universitas Pendidikan Sultan Idris yang terlihat pada Gambar 15.



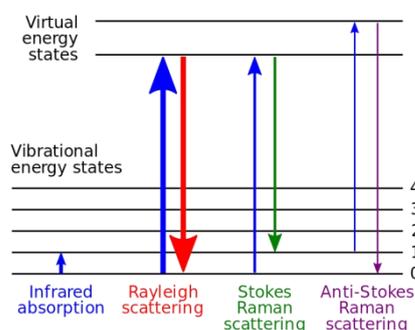
Gambar 15. Alat Raman  
(Sumber : foto diambil dari Laboratorium UPSI)

Prinsip spektroskopi raman adalah interaksi antara cahaya dan materi. Spektroskopi raman menggunakan berkas cahaya monokromatis berupa laser. Biasan Raman merupakan salah satu teknik yang digunakan untuk identifikasi molekul. Prinsip biasan Raman yaitu sumber sinar dengan frekuensi tunggal berinteraksi dengan molekul dan mengubah awan elektron yang memutar nukleus untuk membentuk posisi *short-lived* atau dikenal sebagai *virtual state*. Keadaan ini tidak stabil sehingga foto akan sesegera mungkin diradiasikan kembali (Smith and Dent, 2005).

Pada proses pembiasan apabila hanya awan elektron yang bergerak maka foton akan terbiaskan dengan perubahan frekuensi yang sangat kecil, hampir mirip dengan elektron sumber sinar atau disebut sebagai biasan elastis. Biasan elastis ini dominan terjadi dan pada molekul dan dikenal sebagai biasan Reyleigh. Namun, jika gerakan nukleus juga terinduksi pada proses pembiasan, energi akan ditransfer antar foton yang datang dengan molekul atau dari molekul menuju

foton yang dibiaskan. Hal ini disebut sebagai biasan inelastik. Energi biasan ini berbeda suatu unit vibrasional dengan foton yang ditembakkan dan dikenal dengan biasan Raman. Biasan ini lemah karena hanya satu foton yang dibiaskan setiap  $10^6$ - $10^8$  foton. Namun hal ini dapat diatasi dengan peningkatan densitas energi yang diberikan (Smith and Dent, 2005).

Pada biasan Raman dapat terjadi pergeseran yang positif (*stokes*) dan negatif (*Anti-stokes*). Gesekan *stokes* memiliki intensitas yang lebih tinggi dan menimbulkan transisi dari energi yang rendah (*ground state*)  $m$  menuju energi yang lebih tinggi  $n$ . Sedangkan, gesekan *anti-stokes* terjadi pada level energi vibrasional tereksitasi  $n$  bertransisi menuju energi vibrasional yang lebih rendah  $m$  seperti terlihat pada Gambar 16. Maka dari itu biasan Raman disajikan dalam bentuk gesekan energi dari radiasi yang diberikan ( $\Delta \text{ cm}^{-1}$ ) namun disederhanakan menjadi  $\text{cm}^{-1}$  (Smith and Dent, 2005; Chalmers *et al.*, 2012).



Gambar 16. Diagram Biasan Rayleigh dan Biasan Raman (Smith and Dent, 2005)

Interaksi laser dengan molekul sampel menghasilkan tiga tipe hamburan yaitu hamburan Rayleigh, hamburan *Stokes*, dan hamburan *Ant-Stokes*. Pada hamburan Rayleigh, frekuensi akhir sama dengan frekuensi awal. Pada hamburan *Stokes*, frekuensi akhir lebih rendah daripada frekuensi awal. Sedangkan pada

hamburan hamburan *Ant-Stokes*, frekuensi akhir lebih besar daripada frekuensi awal (Smith and Dent, 2005).

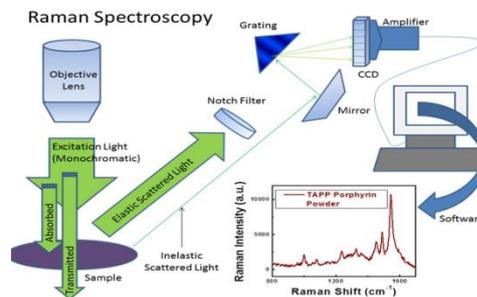
Hamburan Raman merupakan teknik spektroskopik yang sangat berguna untuk mempelajari dan mengidentifikasi berbagai macam bentuk ikatan antar atom karbon. Dalam membentuk molekul dan struktur kristalin atom-atom karbon saling berikatan secara spesifik. Karena ikatan untuk setiap jenis molekul karbon adalah berbeda, maka hal ini akan mempengaruhi tatapan gaya dan frekuensi vibrasi dari setiap jenis ikatan. Dengan menggunakan teknik hamburan Raman, ikatan antara atom karbon dapat dibedakan, seperti untuk kristal tunggal *diamond* dengan struktur kristal kubus memiliki *space group*  $Fd3m$  akan memiliki spektrum Raman dengan satu puncak yang tajam pada  $1332\text{ cm}^{-1}$ . Pada grafit dengan *space group* heksagonal  $p63/mmc$  memiliki dua mode Raman aktif. Pada kondisi) suhu dan tekanan) normal satu puncak dengan mode  $E_{2g2}$  pada  $1582\text{ cm}^{-1}$  dapat diamati, sedangkan pada kondisi spesial, mode  $E_{2g1}$  pada frekuensi  $42\text{ cm}^{-1}$  baru dapat diamati (Tri Hardi Priyanto, 2004). Raman spektroskopi juga merupakan teknik yang berguna untuk karakterisasi ketidak teraturan material berbasis karbon (*carbon-based materials*), misalnya ketidakteraturan karbon  $sp^2$  memberikan pita Raman yang kuat disekitar  $1350\text{ cm}^{-1}$  pada panjang gelombang eksitasi laser  $488\text{ nm}$  (Willes H. Webr, 2000).

Untuk lebih jelas tentang prinsip kerja, dan aplikasi Raman dapat di lihat pada penjelasan di bawah ini.

### a. Prinsip kerja Raman

Secara khusus prinsip kerja Raman yaitu sampel diiluminasi dengan tembakan laser, ketika radiasi elektromagnetik dari lokasi yang diiluminasi dikumpulkan dengan suatu lensa dan dikirim melalui suatu monokromator. Radiasi hamburan elastis pada panjang gelombang yang sesuai dengan garis laser (hamburan Rayleigh) dipisahkan baik menggunakan *notch filter*, *edge pass filter*, atau *band pass filter*, sementara sisa cahaya yang terkumpul didispersikan pada suatu detektor. Detektor adalah suatu sensor elektronik yang dapat berfungsi mengubah sinyal gas pembawa dan komponen-komponen di dalamnya menjadi sinyal elektronik (Marcet, S, 2012).

Hamburan Raman spontan secara khusus sangat lemah, dan sebagai hasilnya kesulitan utama pada spektroskopi Raman adalah memisahkan hamburan cahaya tidak elastis yang lemah dari hamburan Rayleigh pada cahaya laser yang intens. Dalam sejarah, spektrometer Raman menggunakan *grating* hologram dan dispersi multi-tahap untuk mendapat rejeksi laser dengan derajat yang tinggi. Di masa lampau, fotomultiplier merupakan detektor pilihan untuk pengaturan dispersif Raman, yang menghasilkan waktu prolehan panjang. Namun, instrumentasi modern yang hampir secara universal memperkejakan *notch* atau *edge filters* untuk rejeksi laser dan spektrograf baik berupa transmisif aksial (AT), Monokromator *Czerny–Turner* (CT), atau FT (berbasis spektroskopi transformasi Fourier), dan detektor CCD (Marcet, S, 2012). Berikut adalah prinsip kerja dari Raman yang terlihat pada Gambar 17.



Gambar 17. Prinsip kerja spektrometer Raman (Marcet, S, 2012)

## b. Aplikasi Raman

Beberapa proyek penelitian menunjukkan penggunaan spektroskopi Raman sebagai sarana untuk mendeteksi peledak menggunakan sinar laser dari jarak yang aman (Ben Vogel, dkk, 2008). Spektroskopi Raman juga telah digunakan untuk mengkonfirmasi prediksi keberadaan fonon berfrekuensi rendah dalam protein dan DNA, menstimulasi studi bagi pergerakan kolektif berfrekuensi rendah dalam protein dan DNA dan fungsi biologis mereka (Urabe, H, dkk, 1998).

Raman melaporkan molekul dengan gugus olefin atau alkuna tengah dikembangkan untuk memungkinkan untuk pencitraan jaringan dengan antibodi berlabel-SERS (Shlucker, S, 2011). Spektroskopi Raman juga telah digunakan sebagai teknik noninvasif secara aktual, karakterisasi biokimia in situ pada penyembuhan luka serta analisis multivariat spektrum Raman telah memungkinkan pengukuran kuantitatif dari kemajuan penyembuhan luka. Spektroskopi Raman memiliki penggunaan luas dalam studi biomineral (Jain, R, 2014).

Spektrometer Raman umumnya terdiri dari empat komponen utama, yaitu sumber laser, sampel, pemilih panjang gelombang (*filter*) dan detektor. Dalam komponen spektrometer Raman ini terdapat laser yang berfungsi untuk

memperkuat cahaya sehingga dapat menyalurkan suara dan sinyal gambar melalui serat optik. Sampel digunakan untuk memperoleh keterangan mengenai objek penelitian. Pemilih panjang gelombang (*filter*) berfungsi sebagai pemilah atau pemisah. Detektor berfungsi untuk menangkap cahaya yang diteruskan dari sampel dan mengubahnya menjadi arus listrik (Agung, 2019).

## 2. Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*)

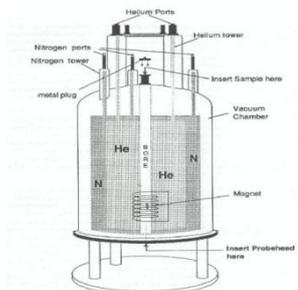
Selama 50 tahun terakhir, NMR telah menjadi teknik yang paling menonjol dalam menentukan struktur dari senyawa organik. Teknik ini berdasar pada kemampuan inti atom bereaksi seperti magnet kecil dan dipengaruhi medan magnet luar. Ketika diiradiasi dengan sinyal frekuensi radio, inti atom dalam molekul akan berubah dari tarik menarik dengan medan magnet menjadi tolak menolak. Peristiwa ini disebut “nuklir” pada instrumen yang bekerja pada inti atom untuk menyerap gelombang radio. Energi frekuensi yang terjadi dapat diukur dan ditampilkan sebagai spektra NMR (Hove dkk, 2006). Tampilan spektra NMR dapat dilihat dalam 2 dimensi (2D) untuk mendapatkan resolusi yang lebih tinggi (Misra dkk, 2009).

Dalam bidang medis, teknik ini digunakan untuk menentukan profil metabolit dari cairan tubuh ataupun urin berbasis metabolik guna mendiagnosis berbagai penyakit ataupun toksik (Hove dkk, 2006). Ada beberapa macam NMR yang digunakan untuk mendiagnosis penyakit, seperti NMR  $^{31}\text{P}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{29}\text{Si}$ ,  $^{77}\text{Se}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^1\text{H}$ . Namun yang paling sering digunakan adalah NMR  $^1\text{H}$ , karena inti atomnya lebih mudah didapatkan di alam dan spesifikasinya lebih tinggi (Misra dkk, 2009).

Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) adalah teknik penelitian yang memanfaatkan sifat magnetik inti atom tertentu untuk menentukan sifat fisik dan kimia dari atom atau molekul di mana mereka yang terkandung. Hal ini bergantung pada fenomena resonansi magnetik nuklir dan dapat memberikan informasi rinci tentang struktur, dinamika, negara reaksi, dan lingkungan kimia dari molekul (Sastrohamidjojo, 1994).

Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR dapat memberikan informasi seperti adanya gugus-gugus fungsi yang dinyatakan dalam bentuk khas seperti jumlah dan posisi gugus fungsi dengan melihat nilai pergeseran kimia dan konstanta koplingnya. Jumlah proton dapat dilihat dari NMR, DEPT (*Distortionless Enhancement of NMR Signals by Polarization Transfer*) dapat memberikan jenis karbon primer, sekunder, tersier, dan kwarter, ( $\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_2$ ,  $\text{CH}$ ,  $\text{C}$ ,  $\text{O-C}$ ,  $\text{C=O}$ ,  $\text{H-C=O}$ ,  $-\text{CONH}$ ,  $-\text{COOH}$ , dan  $-\text{COOR}$ ) dengan melihat nilai pergeseran kimianya (Jenie dkk, 2006).

Resonansi Magnetik Inti (NMR) spektroskopi adalah alat yang tersedia untuk menentukan struktur senyawa organik. Teknik ini bergantung pada kemampuan inti atom berperilaku seperti sebuah magnet kecil dan menyesuaikan diri dengan medan magnet eksternal. Biasanya digunakan untuk mengidentifikasi atau menjelaskan informasi struktur rinci tentang senyawa kimia. Gambar alat NMR dapat dilihat pada Gambar 18.



Gambar 18. Gambar alat NMR

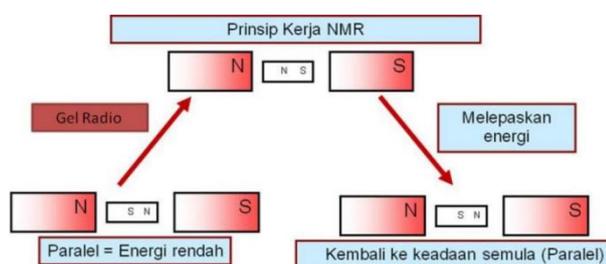
Kelebihan dari alat ini adalah dapat mengidentifikasi adanya senyawa organik dalam sampel. Banyak informasi yang dapat diperoleh dari spektra NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*). Pada umumnya metode ini berguna sekali untuk mengidentifikasi struktur senyawa atau rumus bangun molekul senyawa organik. Meskipun Spektroskopi Infra Merah juga dapat digunakan untuk tujuan tersebut, analisis spektra NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) mampu memberikan informasi yang lebih lengkap. Parameter NMR adalah pergeseran kimia yang biasa dinyatakan dalam ppm dari referensi internal dan memberikan informasi tipe hidrogen dan karbon yang terikat pada masing-masing inti (Hore, 2015).

Dampak spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) pada senyawa bahan alam sangat penting. Ini dapat digunakan untuk mempelajari campuran analisis, untuk memahami efek dinamis seperti perubahan pada suhu dan mekanisme reaksi, dan merupakan instrumen tak ternilai untuk memahami struktur dan fungsi asam nukleat dan protein. Teknik ini dapat digunakan untuk berbagai variasi sampel, dalam bentuk padat atau pun larutan.

#### a. Prinsip kerja Spektroskopi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*)

Metode spektroskopi jenis ini didasarkan pada penyerapan energi oleh partikel yang sedang berputar di dalam medan magnet yang kuat. Pada umumnya

metode ini berguna sekali untuk mengidentifikasi struktur senyawa rumus bangun molekul senyawa organik. Jumlah dan tempat proton dalam molekul senyawa organik menentukan bentuk spektrum yang dihasilkan. Energi yang dipakai dalam pengukuran dengan metode ini berada pada daerah gelombang radio 75-0,5 m atau pada frekuensi 4-600 MHz, yang bergantung pada jenis inti yang diukur, NMR bermacam-macam ragamnya, misalnya NMR  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ . Prinsip kerja NMR dapat dilihat pada Gambar 19.



Gambar 19. Prinsip kerja NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*)

Inti yang dapat diukur dengan NMR yaitu :

- 1) Bentuk bulat
- 2) Berputar
- 3) Bilangan kuantum spin =  $\frac{1}{2}$
- 4) Jumlah proton dan netron ganjil, contoh :  $^1\text{H}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{31}\text{P}$ ,  $^{11}\text{B}$ ,  $^{13}\text{C}$ .

Spektrometri NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) pada dasarnya merupakan spektrometri absorpsi, sebagaimana spektrofotometri infra merah maupun ultraviolet. Pada kondisi yang sesuai, suatu sampel dapat mengabsorpsi radiasi elektromagnetik daerah frekuensi radio, pada frekuensi yang tergantung dari sifat-sifat sampel. Suatu plot dari frekuensi puncak. Puncak absorpsi versus intensitas puncak memberikan suatu spektrum NMR (*Nuclear Magnetic*

*Resonance*). Dalam NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) yang diukur adalah perbedaan frekuensi antara suatu jenis proton dengan frekuensi resonansi proton senyawa pembanding (*reference*). Senyawa ini disebut sebagai standar internal dan ditambahkan ke dalam *sample* sebelum me"running" NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*). Ketika diiradiasi dengan sinyal frekuensi radio 600 MHz, inti dalam  $^1\text{H}$  akan berubah dari tarik menarik dengan medan magnet menjadi tolak menolak. Energi frekuensi yang terjadi dapat diukur oleh spektroskopi NMR  $^1\text{H}$  dan ditampilkan sebagai spektra NMR (Tracy L dkk, 2005).

Spektrometri NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) ini memberikan banyak informasi mengenai kedudukan gugus fungsi. Ada empat parameter yang dapat membantu menginterpretasi spektra NMR yaitu pergeseran kimia, penjodohan spin, tetapan penjodohan dan pola penjodohan, dan integrasi. Untuk memastikan kebenaran struktur yang dianalisis, metode ini sering dibantu dengan spektroskopi 2-D yaitu HMQC (*Heteronuclear Multiple Quantum Coherence*), HMBC (*Heteronuclear Multi Bond Coherence*), COSY (*Correlation Spectroscopy*) dan NOESY (*Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy*) (Misra dkk, 2009).

Untuk mendapatkan inti dari suatu molekul agar berpengaruh ke arah yang sama, medan magnet yang sangat kuat dihasilkan oleh elektromagnet superkonduksi yang memerlukan temperatur sangat rendah untuk bekerja. Kumbaran magnet dikelilingi oleh helium cair (4K, atau  $269^\circ\text{C}$ ) yang terlindungi dari penguapan terlalu cepat oleh lapisan yang diselimuti nitrogen cair ( $-77^\circ\text{C}$ ). Pendingin ini keseluruhan diselimuti oleh baja dua lapis dengan ruang hampa di antara lapisan untuk memberikan insulasi seperti halnya termos. Terdapat sebuah

lubang sempit pada bagian tengah magnet, di sanalah tabung sampel serta kumparan frekuensi radio berada (Hove dkk, 2006).

Spektroskopi Resonansi Magnet Inti berdasarkan pada pengukuran absorpsi radiasi elektromagnetik pada daerah frekuensi radio oleh partikel (inti atom) yang berputar di dalam medan magnet. Molekul sangat kecil untuk diamati, maka perlu semacam ‘mata-mata’ untuk memberikan informasi tentang struktur molekul tanpa merubah sifat-sifat molekulnya. ‘Mata-mata’ yang dimaksud adalah sifat magnet dari inti atom. Ketika inti atom ditempatkan pada medan magnet, inti atom mengambil salah satu orientasi beda energi( $\Delta E$ ) yang diperbolehkan.  $\Delta E$  dapat diukur dengan radiasi elektromagnetik dengan frekuensi  $\nu$ . Frekuensi tersebut menyebabkan inti membalik dari tingkat energi rendah ke energi tinggi yang dikenal dengan kondisi resonansi (Hore, 2015).

#### **b. Komponen Alat dan Instrumentasinya**

Komponen-komponen dari spektroskopi NMR(*Nuclear Magnetic Resonance*) yaitu magnet, generator “*sweep*”, *transmitter* RF, kumparan penerima, kumparan “*sweep*”, detektor dan penerima RF, rekorder, dan sampel.

Instrumentasi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) diantaranya :

##### a). Tempat Sampel

Tempat sampel berupa tabung gelas yang terbentuk silindris, diletakan diantara dua kutub magnet. Sampel dilarutkan dalam pelarut yang tak mengandung proton seperti  $\text{CCl}_4$  ,  $\text{CDCl}_3$  ,  $\text{D}_2\text{O}$ , atau acetonitril dan sejumlah kecil TMS ditambahkan sebagai standar internal, kemudian dimasukan ke dalam

tempat sampel. Sampel kemudian diputar sekitar sumbunya untuk mengusahakan agar semua bagian dari larutan terkena medan magnet yang sama.

b). Celah Magnet

Magnet terdiri dari dua bagian, magnet pokok mempunyai kekuatan sekitar 14.100 Gauss, dan ia ditutup oleh potongan-potongan kecil kutub *electromagnet*. Pada celah magnet terdapat kumparan yang dihubungkan dengan *ossilator* frekuensi radio (Rf) 60 MHz.

c). *Ossilator* frekuensi Radio

*Ossilator* frekuensi radio akan memberikan tenaga elektromagnetik sebesar 60 MHz melalui kumparan yang dihubungkan pada celah sampel. Kumparan selanjutnya memberikan tenaga elektromagnetik yang digunakan untuk mengubah orientasi perputaran proton. Kebanyakan spektropotometer NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) menggunakan sinyal frekuensi RF tetap dan mengubah-ubah kekuatan medan magnet untuk membawa setiap proton mengalami resonansi.

d). *Detector* Radio Frekuensi

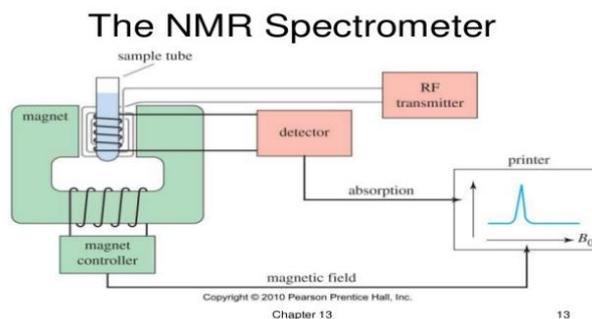
Kumparan yang berada tegak lurus dengan kumparan *ossilator* RF. Bila ada tenaga yang diserap, kumparan *detector* tidak menangkap tenaga yang diberikan oleh kumparan *ossilator* RF. Bila sampel menyerap tenaga, maka putaran inti akan menghasilkan sinyal frekuensi radio pada bidang kumparan *detector*, dan alat memberikan respon ke pencatatan sebagai sinyal resonansi atau puncak.

e). Pencatat

Pencatat berfungsi untuk menangkap sinyal dari detector yang mengubahnya sebagai sinyal resonansi atau puncak. Sebelum sinyal sampai ke pencatat biasanya dilewatkan terlebih dahulu ke audio amplifier untuk menggendakan sinyal, sehingga menjadi lebih Nampak.

f). Magnet Akurasi dan kualitas

Suatu alat NMR tergantung pada kekuatan magnetnya. Resolusi akan bertambah dengan kenaikan kekuatan medannya, bila medan magnetnya homogen elektromagnet dan kumparan superkonduktor (solenoids). Magnet permanen mempunyai kuat medan 7046-14002 G, ini sesuai dengan frekuensi oskilator antara 30-60 MHz. Termostat yang baik diperlukan karena magnet bersifat peka terhadap temperatur. Elektromagnet memerlukan sistem pendingin, elektromagnet yang banyak di pasaran mempunyai frekuensi 60, 90 dan 100 MHz untuk proton. NMR beresolusi tinggi dan bermagnet superkonduktor dengan frekuensiproton 470 MHz. Pengaruh fluktuasi medan dapat diatasi dengan sistem pengunci frekuensi, dapat berupa tipe pengunci eksternal atau internal. Pada tipe eksternal wadah senyawa pembanding dengan senyawa sampel berada pada tempat terpisah, sedang pada tipe internal senyawa pembanding larut bersama-sama sampel. Senyawa pembanding biasanya tetrametilsilan (TMS). Berikut adalah gambar instrument dari alat NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) dapat dilihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Instrument dari alat NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*)

### c. Kegunaan Spektroskopi Magnetik Inti (NMR)

Spektrometri Resonansi Magnetik Inti pada umumnya digunakan untuk :

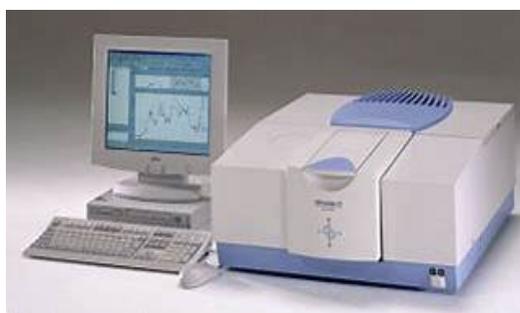
- a) Menentukan jumlah proton yang dimiliki lingkungan kimia yang sama pada suatu senyawa organik.
- b) Mengetahui informasi mengenai struktur suatu senyawa organik.
- c) Spektroskopi NMR dapat digunakan sebagai alat sidik jari.
- d) Spektrofotometri Resonansi Magnetik Inti Proton berguna untuk penentuan struktur molekul organik.

### 3. FTIR

Jika suatu radiasi gelombang elektromagnetik mengenai suatu materi, maka akan terjadi suatu interaksi, diantaranya berupa penyerapan energi (absorpsi) oleh atom-atom molekul-molekul dari materi tersebut. Absorpsi sinar ultraviolet dan cahaya tampak akan mengakibatkan tereksitasinya elektron. Sedangkan absorpsi radiasi inframerah, energinya tidak cukup untuk mengeksitasi elektron, namun menyebabkan peningkatan amplitudo getaran (*vibrasi*) atom-atom pada suatu molekul (Fesseden, 1997). Cahaya tampak terdiri dari beberapa range

frekuensi elektromagnetik yang berbeda dimana setiap frekuensi bisa dilihat sebagai warna yang berbeda.

Radiasi inframerah juga mengandung beberapa range frekuensi tetapi tidak dapat dilihat oleh mata. Pengukuran pada spektrum inframerah dilakukan pada daerah cahaya inframerah tengah (*mid-infrared*) yaitu panjang gelombang 4000-200  $\text{cm}^{-1}$ . Energi yang dihasilkan oleh radiasi ini akan menyebabkan vibrasi atau getaran pada molekul. Pita absorpsi inframerah sangat khas dan spesifik untuk setiap tipe ikatan kimia atau gugus fungsi. Metoda ini sangat berguna untuk mengidentifikasi senyawa organik dan anorganik. Sebagai sumber cahaya yang umum digunakan adalah lampu tungsten, Narnst glowers, atau glowbars. Dispersi spektrofotometer inframerah menggunakan monokromator, yang berfungsi untuk menyeleksi panjang gelombang (Dachriyanus, 2004). alat dari FTIR dapat dilihat pada Gambar 21.



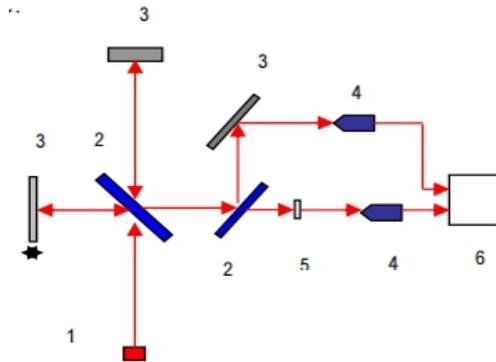
Gambar 21. Alat FTIR

Hal yang sangat unik pada penyerapan radiasi gelombang elektromagnetik adalah bahwa suatu senyawa menyerap radiasi dengan panjang gelombang tertentu bergantung pada struktur senyawa tersebut. Absorpsi khas inilah yang mendorong pengembangan metode spektroskopi, baik spektroskopi atomik

maupun molekuler yang telah memberikan sumbangan besar bagi dunia ilmu pengetahuan terutama dalam usaha pemahaman mengenai susunan materi dan unsur-unsur penyusunnya. Salah satu metode spektroskopi yang sangat populer adalah metode spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*), yaitu metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk analisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode absorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan *frekuensi vibrasional* molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985).

Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Inti spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yaitu alat untuk menganalisis frekuensi dalam sinyal gabungan. Spektrum inframerah tersebut dihasilkan dari pentransmisian cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah yang diperoleh kemudian di plot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang ( $\mu\text{m}$ ) atau bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) (Marcot, C, 1986).

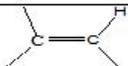
Skema alat spektroskopi FTIR secara sederhana ditujuan pada Gambar 22.



Gambar 22. Skema alat spektroskopi FTIR (1) Sumber inframerah (2) Pembagi berkas (*Beam Splitter*) (3) Kaca pemantul (4) Sensor inframerah (6) sampel) (6) *Display*.

Analisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorpsi yang terbentuk pada spektrum inframerah menggunakan tabel korelasi dan menggunakan spektrum senyawa pembanding (yang sudah diketahui) yang dapat dilihat pada Tabel 1. Keuntungan dari penggunaan interferometer Michelson tersebut memberikan keunggulan metode FTIR dibandingkan metode spektroskopi inframerah konvensional maupun metode spektroskopi yang lain. Diantaranya adalah informasi struktur molekul dapat diperoleh secara tepat dan akurat (memiliki) resolusi yang tinggi). Keuntungan yang lain dari metode ini adalah dapat digunakan untuk mengidentifikasi sampel dalam berbagai fase (gas, padat atau cair). Kesulitan-kesulitan yang ditemukan dalam identifikasi dengan spektroskopi FTIR dapat ditunjang dengan data yang diperoleh dengan menggunakan metode spektroskopi yang lain (Harmita, 2006).

Tabel 1. Tabel pita absorpsi inframerah

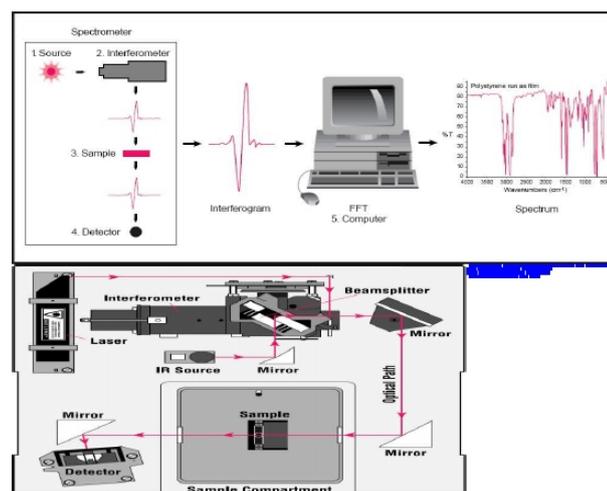
Ikatan	Tipe Senyawa	Daerah frekuensi (cm <sup>-1</sup> )	Intensitas
C - H	Alkana	2850 - 2970 1340 - 1470	Kuat Kuat
C - H	Alkena 	3010 - 3095 675 - 995	Sedang Kuat
C - H	Alkuna 	3300	Kuat
C - H	Cincin Aromatik	3010 - 3100 690 - 900	Sedang Kuat
O - H	Fenol, monomer alkohol, alkohol ikatan hidrogen, fenol	3590 - 3650 3200 - 3600	Berubah-ubah Berubah-ubah, terkadang melebar
	monomer asam karboksilat, ikatan hidrogen asam karboksilat	3500 - 3650 2500 - 2700	Sedang Melebar
N - H	Amina, Amida	3300 - 3500	Sedang
C=C	Alkena	1610 - 1680	Berubah-ubah
C=C	Cincin Aromatik	1500 - 1600	Berubah-ubah
C≡C	Alkuna	2100 - 2260	Berubah-ubah
C - N	Amina, Amida	1180 - 1360	Kuat
C≡N	Nitril	2210 - 2280	Kuat
C - O	Alkohol, Eter, Asam Karboksilat, Ester	1050 - 1300	Kuat
C=O	Aldehid, Keton, Asam Karboksilat, Ester	1690 - 1760	Kuat
NO <sub>2</sub>	Senyawa Nitro	1500 - 1570 1300 - 1370	Kuat Kuat

Sumber : *Principle of Instrumental Analysis*, Skoog, Holler, Nieman, 1998.

### a. Prinsip Alat

Sistem optik Spektrofotometer FTIR seperti pada gambar dibawah ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi ( $\delta$ ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistim optik dari Spektrofotometer IR yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistim optik Fourier Transform Infra Red.

Pada sistem optik FTIR digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer FTIR adalah TGS (Tetra Glycerine Sulphate) atau MCT (Mercury Cadmium Telluride). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah. Untuk lebih jelasnya alat FTIR dapat dilihat pada Gambar 23.



Gambar 23. Skema prinsip alat FTIR

Pada proses instrumen analisis sampelnya meliputi:

- 1) The *source*: energi Infra Red yang dipancarkan dari sebuah benda hitam menyala. Balok ini melewati melalui logam yang mengontrol jumlah energi yang diberikan kepada sampel.

- 2) Interferometer: sinar memasuki interferometer “*spectra encoding*” mengambil tempat, kemudian sinyal yang dihasilkan keluar dari interferogram.
- 3) Sampel: sinar memasuki kompartemen sampel dimana diteruskan melalui cermin dari permukaan sampel yang tergantung pada jenis analisis.
- 4) *Detector*: sinar akhirnya lolos ke detektor untuk pengukuran akhir. *Detector* ini digunakan khusus dirancang untuk mengukur sinar interferogram khusus. Detektor yang digunakan dalam spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (disingkat TGS) atau *Mercury Cadmium Telluride* (disingkat MCT). detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi inframerah.
- 5) Computer: sinyal diukur secara digital dan dikirim kekomputer untuk diolah oleh *Fourier Transformation* berada. Spektrum disajikan untuk interpretasi lebih lanjut.

Jika suatu frekuensi tertentu dari radiasi inframerah dilewatkan pada sampel suatu senyawa organik maka akan terjadi penyerapan frekuensi oleh senyawa tersebut. Detektor yang ditempatkan pada sisi lain dari senyawa akan mendeteksi frekuensi yang dilewatkan pada sampel yang tidak diserap oleh senyawa. Banyaknya frekuensi yang melewati senyawa (yang tidak diserap) akan diukur sebagai *persen transmittan*. Persen transmittan 100 berarti tidak ada frekuensi IR

yang diserap oleh senyawa. Pada kenyataannya, hal ini tidak pernah terjadi. Selalu ada sedikit dari frekuensi ini diserap dan memberikan suatu transmittan sebanyak 95 %. Transmittan 5 % berarti bahwa hampir seluruh frekuensi yang dilewatkan diserap oleh senyawa. Serapan yang sangat tinggi ini akan memberikan informasi penting tentang ikatan dalam senyawa ini (Dachriyanus, 2004).

### **b. Bentuk Spektrum Inframerah**

Spektrum yang dihasilkan berupa grafik yang menunjukkan persentase transmittan yang bervariasi pada setiap frekuensi radiasi inframerah. Satuan frekuensi yang digunakan pada garis horizontal (aksis) dinyatakan dalam bilangan gelombang, yang didefinisikan sebagai banyaknya gelombang dalam tiap satuan panjang. Pada pertengahan garis horizontal bisa saja terjadi perubahan skala. Perubahan skala terjadi pada sekitar  $2000\text{ cm}^{-1}$  dan sangat jarang terjadi perubahan skala pada sekitar  $1000\text{ cm}^{-1}$ . perubahan skala ini tidak akan mempengaruhi interpretasi spektrum inframerah karena yang dibutuhkan hanya nilai satuan yang ditunjuk skala horizontal.

$$\text{Bilangan gelombang} = \frac{1}{\text{Panjang gelombang}} \text{ cm}^{-1}$$

Beberapa syarat yang harus dipenuhi dalam menginterpretasikan spektrum, yaitu :

- 1) Spektrum harus tajam dan jelas serta memiliki intensitas yang tepat.
- 2) Spektrum harus berasal dari senyawa yang murni.
- 3) Spektrofotometer harus dikalibrasi sehingga akan menghasilkan pita atau serapan pada bilangan gelombang yang tepat.

- 4) Metode penyiapan sampel harus dinyatakan. Jika digunakan pelarut maka jenis pelarut, konsentrasi dan tebal sel harus diketahui.

(Dachriyanus, 2004).

## BAB V PENUTUP

### A. Kesimpulan

Berdasarkan dari hasil penelitian yang didapat dari proses sintesis dan karakterisasi maka dapat ditarik kesimpulan, yaitu:

1. Senyawa HPMpFBP dihasilkan dari proses sintesis pencampuran antara *1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone* + NaOH + *4-fluorobenzoyl* + HCL kemudian menghasilkan senyawa baru yang berupa endapan yang diberi nama *1-phenyl-3-methyl-4-fluorobenzoyl-5-pyrazolone* atau disingkat dengan nama HPMpFBP.
2. Senyawa HPMpFBP memiliki struktur kimia  $C_{17}H_{13}N_2O_2F$ , memiliki panjang gelombang tertinggi menggunakan karakterisasi Raman sebesar  $1643.91\text{ cm}^{-1}$ , pergeseran kimia tertinggi menggunakan karakterisasi NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) sebesar  $7.8628\text{ ppm}$ , dan gugus fungsi menggunakan karakterisasi FTIR adalah (O-H, C-H, C=C, C=O, C-N)

Dari proses karakterisasi yang diperoleh dari peneliti dengan peneliti lain mendapatkan perbedaan dan perbandingan yang tidak begitu jauh dimana pada karakterisasi menggunakan NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) mendapatkan perbandingan sebesar  $0.0072\text{ ppm}$ , sedangkan menggunakan FTIR terdapat perbedaan yang didapat yaitu perbedaan gugus fungsi O-H.

## **B. Saran**

Berdasarkan hasil yang diperoleh dan dicapai dan kekurangan yang ditemukan dalam penelitian sebagai saran yaitu penulis berharap untuk bisa dilanjutkan untuk bahan detektor glukosa dengan menggunakan material HPMpFBP sebagai perantara dalam pembuatan sensor glukosa. Kekurangan yang diperoleh oleh penulis dengan peneliti lain agar dapat dijadikan sebagai pedoman untuk kedepannya sebagai proses pengembangan yang lebih baik kedepannya.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abidoye A, Azeez N, Adesina A, Agbele K, Nyoengesa H. (2011). *Using Wearable Sensors for Remote Healthcare Monitoring System*.
- Adani, S, I., Ali Pujiastuti, Y. (2017). Pengaruh Suhu dan Waktu Operasi Pada Proses Destilasi Untuk Pengolahan Aquades di Fakultas Teknik Universitas Mulawarman. *Jurnal Chemurgy*, Vol, 01, No. 1.
- APV. (2014). *distillation Handbook. Fourth edition*. Amricas, Engineered Systems 395 Filmore AvenueTonawanda, N. Y.
- Ahmad, Mustaffa., Md Isa, I., Idris Saleh, M. (2011). penentuan Pemalar-Pemalar Kestabilan Kompleks-Kompleks Lantanida La(III), Pr(III), Eu(III), Ga(III), Er(III), dan Lu(III) dengan Terbitan-Terbitan Berflourin 1-fenil-3-metil-4-benzoil-5-pirozolona (HPMBP) dengan Menggunakan Kaedah Pentitraan. *Jurnal Sains dan Matematik*. Vol. 3, No. 2, 1-10.
- Andari, R. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) dengan sensitizer Antosianin dari Bunga Rosella (Hibiscus Sabdariffa)* (Thesis). Program Pasca Sarjana Universitas Andalas, Padang.
- Asnawati., Dwi Indarti., Tri Mulyono., Gembong Kesuma B. (2013). Biosensor Amperometri Untuk Deteksi Glukosa Berbasis Immobilisasi Glukosa Oksidase Dalam Membran Selulosa asetat dengan Ferrocene Sebagai Mediator. *Jurnal ilmu Dasar*, Vol. 14, No. 1, Hal: 45-51.
- Barsoum, N. & Moidi, I. F.B. (2014). *DC Motor Speed Control Using SMS Application. Intelligent Control and Automation*, 5. 205-212.
- Cammack, R. (2006). *Oxford Dictionary of Biochemistry and Molecular Biology*. Oxford University Press. New York. 720.
- Chatwal, G. 1985. *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Himalaya Publishing House, bombay.
- Chairul Anam dkk. (2007). Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji, Bensin Dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*, Vol. 10, No. 1, hal 79-85.
- Dachriyanus. (2004). *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Padang : Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi(LPTIK) Universitas Andalas .

- Ellis, D.I., Goodacre, R. (2006). Metabolic Fingerprinting in Disease Diagnosis: Biomedical Application of Infrared and Raman Spectroscopy. *Analyst Journal*. Vol. 131. Hal. 875885.
- Fatimura, Muhrinsyah. (2014). Tinjauan Teoritis Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Operasi Pada Kolom Destilasi. *Jurnal Media Teknik*. Vol. 11, No. 1, pp 23-31.
- Fesseden. (1997). *Kimia Organik, Jilid 1, Edisi ketiga*. Jakarta. Erlangga.
- Firgiansyah, A. (2016). *Perbandingan Kadar Glukosa Darah Menggunakan Spektrofotometer Dan Glukometer* (Skripsi). Universitas Muhammadiyah Semarang: Semarang.
- Irsyad, L. P., Yudianingsih., Lestari, S. (2016). Perancangan Alat Magnetic Stirrer Dengan Pengaturan Kecepatan Pengaduk Dan Pengaturan Waktu Pengadukan. *Jurnal Infact*, Vol. 1, No. 2.
- John, S. (2011). *The Pursuit of Noninvasive Glucose: "Hunting The Deceitful Turkey"*
- Kesuma, D., Santosa, H. (2009). Sintesis Senyawa 2,4-diklorobenzoiltiourea dari 2,4-diklorobenzoil klorida dan Tiourea Sebagai Calon Obat Central Nervous System Depressant Melalui Proses Refluks. *Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*. Bandung.
- Kementerian Kesehatan RI. (2010). *Rencana Strategis Kementerian Kesehatan Tahun 2010-2014*. Jakarta.
- Lau, W. S. (1999). *Karakterisasi Inframerah Untuk Mikroelektronik*. World Scientific.
- Marks, D. B. (2006). *Biokimia Kedokteran Dasar*. Terjemahan. Jakarta: EGC.
- Marcot, C. (1986). *material characterization Hand Book Vol. 10: Infrared Spektroskopy*. ASM International. Amerika.
- Merra, R., Reddy, M. L. P. (2004). Para-substituted 1-Phenyl-3-Methyl-4-Aroyl-5-Pyrazolones As Chelating Agents for the Synergistic Extraction of Thorium (IV) and Uranium (VI) in Presence of Various Crown Ethers. *Solvent Extr. Ion*, 22, 737-759.
- Meera R. (2004). *Synergistic Solvent Extraction Of Thorium (Iv) And Uranium (Vi) With  $\beta$ -Diketones In Presence Of Oxo-Donors* (Thesis). India.

- Mohd Yazid, S. N. A., Md Isa, I., Abu Bakar, S., dkk., (2014). A Review Of Glucose Biosensors Based on Graphene/Metal Oxide Nanomaterials. *Analytical Letters*. 47(11):1821-1834.
- Nazdah, W. (2006). Design, Fabricate and Testing of Stationary Magnetic Stirrer Bar for Uniform Mixing of Cell Culture, Laporan Riset. *Research VOT NO: 71938*, Universiti Tegologi Malaysia, Johor, Malaysia.
- Pfeifer. (2014). *Practica in Process Engineering II*. Zurich, February 6 2014.
- Pratiwi. (2012). *Pengaruh Variasi Berat Minyak Jelantah dan Waktu Pengadukan Menggunakan Mesin Pengaduk*. S1 Teknologi Pertanian (Ilmu dan Teknologi Pangan), Universitas Jenderal soedirman, Jawa Tengah.
- Purwono, B., Pranowo, D., Mastsjeh, S., Wahyuningsih, T.D., dan Haryadi, W. (2013). *Petunjuk Praktikum Kimia Organik III*. Departemen Kimia, FMIPA UGM.
- Purwanto B.T. (2013). Modifikasi Struktur N-Fenilurea Menjadi Senyawa Baru N-Benzoilfenilurea dan 4-Fluorobenzoilfenilurea serta Uji Aktivitas Sebagai Penekan Susunan Saraf Pusat. *Berkala Ilmiah Kimia Farmasi*, Vol. 2 No. 1, Surabaya.
- Remya P.N., Ambili Raj, D. B., Reddy, M. L. (2006). Para-Substituted 1-Phenyl-3-Methyl-4-Aroyl-5-Pyrazolones As Selective Extractants For Vanadium (V) From Acidic Chloride Solutions. *Solvent Extraction and ion Exchange*, 24:877-892.
- Roekmono., Muhimmah, L. C., Hadi, Harsono., dkk. (2017). Deteksi Kadar Glukosa Dalam Plasma Darah Terpisah Oleh Mikrofluida Terintegrasi Partikel Nano Zno Berbasis Spektroskopi Inframerah Dan Raman. *Jurnal Integrasi Proses*. Vol. 6, No. 4.
- Sangian, H. F. (2007). 'Cap Tikus' Bisa Gantikan Bensin. (Online). <http://finance.detik.com/read/2007/07/31/123143/811457/4/cap-tikus-bisa-gantikan-bensin>.
- Siswandono dan Soekarjo. (2000). *Kimia Medisial*. Airlangga University Press, Surabaya.
- Smith and Dent. (2005). *Modern Raman Spectroscopy: A Practical Approach Chichester*. New York: John Wiley & Sons Ltd.
- Sorvoja, H. and Risto, M. (2006). *Noninvasive Blood Pressure Measurement Methods, Molecular and Quantum Acoustic*, 27, pp, 239-264.

- Sudjadi. (1989). *Kimia Analisis: Metode Pemisahan*. Yogyakarta. Kanisius
- Sunardi, Taufiqur R., Edi M., dan Rini R. (2007). Pengaruh Waktu Refluks dengan NaOH Terhadap Konversi Abu Layang Batubara menjadi Zeolit. *Sains dan Terapan Kimia* Vol. 1 No. 2, Jurusan Kimia FMIPA, UNILAM, Banjarbaru.
- Sudjadi. (1986). *Metode Pemisahan*. Yogyakarta : UGM Press.
- Susilowati, Sri Sutji dan Handayani. (2006). *Sintesis dan Uji Aktivitas Analgetika-Antiinflamasi Senyawa N-(4tButilbenzoil)-P-Aminofenol*. FMIPA UNSOED: Purwokerto.
- Susanty., Fairus Bachmid. (2016). Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi Dan Refluks Terhadap Kadar Fenolik Dari Ekstrak Tongkol Jagung (*Zea Mays* L.). *KONVERSI*, Vol. 5, No. 2.
- Suyono, H., Hambali. (2019). Perancangan Alat Pengukur Kadar Gula Dalam Darah Menggunakan Teknik Non-invasive Berbasis Mikrokontroler Arduino Uno. *Jurnal Teknik Elektro Dan Vokasional* , Vol. 06, No. 01.
- Tamayanti W. D., dkk. (2016). Uji Aktivitas analgetik Asam 2-(3-(klorometil)Benzoiloksi) Benzoat dan Asam 2-(4-(klorometil)Benzoiloksi) Benzoat pada Tikus Wistar Jantan dengan Metode Plantar Test. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 17, No. 1, Surabaya.
- Utamiyanti, I. F., Rumhayati, B., dan Mulyasuryani, A. (2016). Pengembangan Sensor Glukosa Berbasis Material SiO<sub>2</sub>-CuO Menggunakan Screen Printed Carbon Electrode (SPCE). *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, Vol. 12, No. 1, Hal. 50-60.
- Varidaju, et al. (2010). Technologies for Controlling Glucose Monitoring : Current Problems and Future Promise. *Journal of Diabetes Science an Tecnology*.
- Vogel, A.I., Tatchell, A.R., Furnis, B.S., Hannaford, A.J., dan Smith, P.W.G. (1996). *Vogel's Textbook Of Practical Organic Chemistry, 5<sup>th</sup>Ed*. Pearson Education Limited London.
- Walangare, K. B. A., Lumenta, A. S. M., Wuwung, J. O., Sugiarto, B. A. (2013). Rancang Bangun Alat Konversi Air Laut Menjadi Air Minum Dengan Proses Destilasi Sederhana Menggunakan Pemanas Elektrik. *E-Jurnal Teknik Elektro dan Komputer*.
- Yasin M, Harun S. W., Yang H. Z., dan Ahmad H. (2010). *Fiber Optic Displancememnt Sensor for Measurement of Glucose Concentration in*

*Distilled Water, Optoelectronics and Advanced Materials-Rapid Communications*, Vol. 4, No. 8 (Page: 1063-1065).

Yusuf, dkk. (2010). Pengaruh Komposisi, pH, Temperatur dan Waktu Pengadukan Terhadap Perolehan Alumina Dari  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  Secara Sol-Gel. *Jurnal Jurusan Kimia*, Program Pascasarjana Universitas Andalas, Padang.