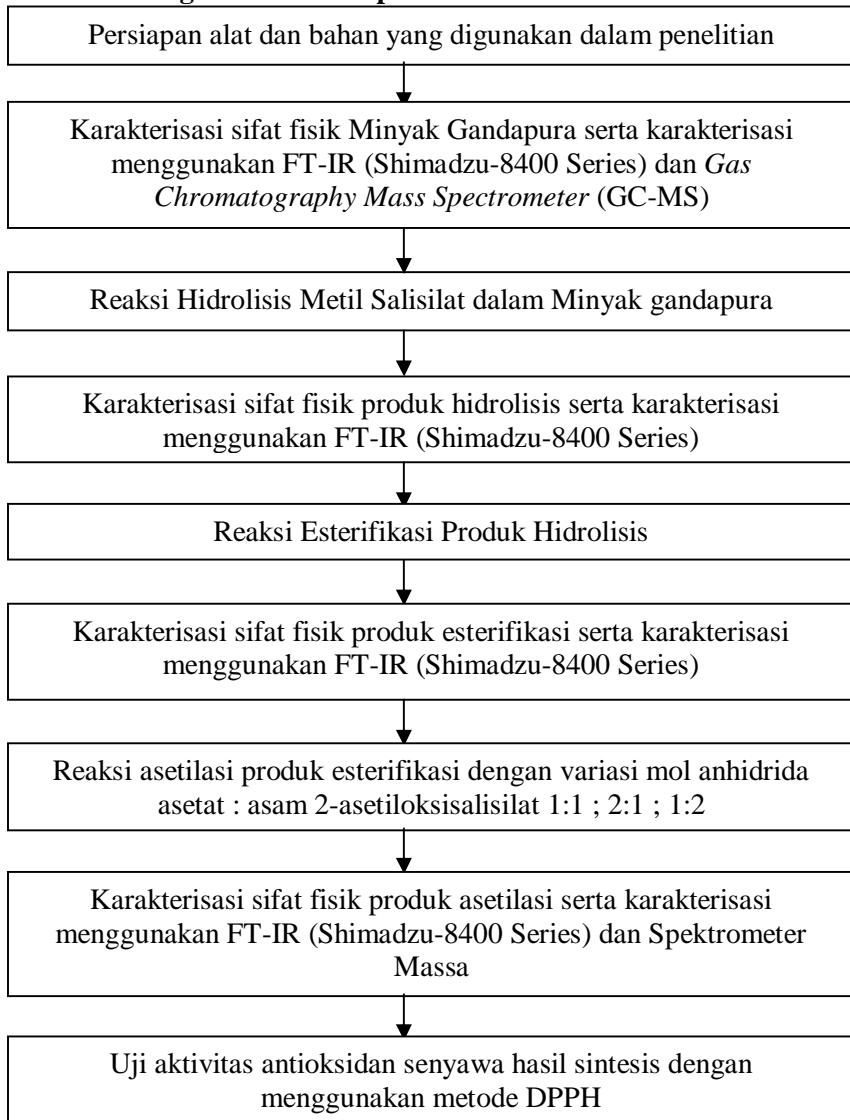


LAMPIRAN

A. Diagram Alir Tahapan Penelitian



B. Diagram Alir Percobaan

B.1. Karakterisasi Minyak Gandapura

B.1.1. Karakterisasi Sifat Fisik Minyak Gandapura

Minyak Gandapura

- Ditentukan sifat fisik berupa warna, wujud dan aroma.
- Ditentukan berat jenisnya dengan alat piknometer

Sifat fisik minyak gandapura berupa warna, wujud, bau dan berat jenis

B.1.2. Karakterisasi Minyak Gandapura dengan FTIR

Minyak Gandapura

- Diteteskan pada lempengan NaCl
- Diletakkan pada sampel holder
- Dilewatkan pada berkas sinar infra merah pada bilangan gelombang $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$

Spektra IR Minyak Gandapura

B.1.3. Karakterisasi Minyak Gandapura dengan Kromatografi Gas Spektrofotometer Massa (KGSM)

Minyak Gandapura

- Diinjeksikan sebanyak $0,3\text{ }\mu\text{L}$ dengan syring pada instrumen GCMS dengan kondisi operasional yaitu tipe alat SHIMADZU QP210S, jenis kolom Rtx-wax(polietilen glikol), panjang kolom 30 m, temperatur kolom 100°C ($5^\circ\text{C}/\text{menit}$), gas pembawa berupa gas Helium (10Kpa), injektor mode:split (1:8), temperatur detektor 250°C .

Kromatogram dan Spektrum Massa minyak gandapura

B.2. Reaksi Hidrolisis Metil Salisilat dalam Minyak Gandapura

30 mL Minyak Gandapura

- Ditambahkan 232 mL NaOH 2M
- Direfluks selama 2 jam pada temperatur 110-120°C
- Didinginkan
- Diasamkan dengan HCl pekat hingga pH 1-2
- Disaring
- Dilarutkan dalam air mendidih
- Dilakukan penyaringan panas
- Filtrat direkristalisasi
- disaring dan dikeringkan dalam oven

Produk hidrolisis berupa asam salisilat

B.3. Karakterisasi Produk Hidrolisis

B.3.1. Karakterisasi Sifat Fisik Produk Hidrolisis

Asam Salisilat

- Ditentukan sifat fisik berupa warna, wujud dan aroma
- Ditentukan titik leleh dengan *melting point apparatus*

Sifat fisik asam salisilat berupa warna, wujud, bau dan titik lelehnya.

B.3.2. Karakterisasi Produk Hidrolisis dengan FTIR

Asam Salisilat

- Digerus bersama KBr
- Diletakkan pada sampel holder
- Dilewatkan pada berkas sinar infra merah pada bilangan gelombang $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$

Spektra IR Asam salisilat

B.4. Reaksi Esterifikasi Produk Hidrolisis

10 g Asam Salisilat

- Dimasukkan dalam labu alas bulat
- Ditambahkan 15g anhidrida asetat
- Ditambahkan 5 tetes H_2SO_4 sambil digoyangkan
- Direfluks pada temperatur $60^\circ C$ selama 30 menit sambil diaduk hingga terbentuk endapan
- Endapan dilarutkan dalam 30 mL etanol panas dan 75 mL air panas
- Dipanaskan hingga larut
- Dilakukan penyaringan panas
- Filtrat direkristalisasi
- Disaring
- Dikeringkan dalam oven dan ditimbang hingga diperoleh massa konstan

Produk esterifikasi berupa asam 2-asetilosalisilat

B.5. Karakterisasi Produk Esterifikasi

B.5.1. Karakterisasi Sifat Fisik Produk Esterifikasi

asam 2-

- Ditentukan sifat fisik berupa warna, wujud dan aroma
- Ditentukan titik leleh dengan *melting point apparatus*

Sifat fisik asam 2-asetilosalisilat berupa warna, wujud, bau dan titik lelehnya.

B.5.2. Karakterisasi Produk Esterifikasi dengan FTIR

asam 2-asetilosisisalilat

- Digerus dengan KBr
- Diletakkan pada sampel holder
- Dilewatkan pada berkas sinar infra merah pada bilangan gelombang 4000-600 cm⁻¹

Spektra IR asam 2-asetilosisisalilat

B.6. Reaksi asetilasi produk esterifikasi dengan variasi mol asam 2-asetilosisisalilat : anhidrida asetat 1:1 ; 2:1 ; 1:2

asam 2-asetilosisisalilat

- Ditambahkan 5 g AlCl₃
- Dimasukkan dalam labu alas bulat dengan pengaduk magnetik
- Ditambahkan anhidrida asetat dengan variasi perbandingan mol asam 2-asetilosisisalilat : anhidrida asetat adalah 1:1 ; 2:1 ; 1:2
- Direfluks pada penangas air selama 2 jam sambil diaduk
- Didinginkan dan ditambahkan 100 mL H₂O
- Endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven dan ditingginkan pada desikator

Endapan kering

- Dimasukkan dalam labu alas bulat
- Ditambahkan 25 mL NaOH
- Direfluks selama 1 jam
- Didinginkan dan ditambahkan 5 mL H₂SO₄

Endapan kering

- Dicuci dengan akuades
- Disaring



- Dikeringkan dalam oven dan ditimbang hingga diperoleh massa konstan

Produk asetilasi berupa asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

B.7. Karakterisasi Produk Asetilasi

B.7.1. Karakterisasi Sifat Fisik Produk Asetilasi

Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

- Ditentukan sifat fisik berupa warna, wujud dan aroma
- Ditentukan titik leleh dengan *melting point apparatus*

Sifat fisik Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat berupa warna, wujud, bau dan titik lelehnya.

B.7.2. Karakterisasi Produk Asetilasi dengan FTIR

Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

- Digerus dengan KBr
- Diletakkan pada sampel holder
- Dilewatkan pada berkas sinar infra merah pada bilangan gelombang 4000-600 cm⁻¹

Spektra IR Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

B.7.3. Karakterisasi Produk Asetilasi dengan Spektrometer Massa

Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

- Dilarutkan dalam metanol
- Diinjeksikan ke dalam spektrometer massa dengan kondisi operasional alat fasa gerak isocratic (0,1 % asam format dan 70 % asetonitril 0,1% asam format), tipe kolom Hypersil Gold, volume injeksi 10 µL

Spektrum Massa Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

B.8. Uji Aktivitas Antioksidan Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat

50 mg senyawa hasil sintesis

- Dilarutkan pada 50 mL metanol
- Dilakukan pengenceran dengan pelarut metanol untuk memperoleh variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80 dan 100 ppm
- Dibuat larutan stock DDPH dari 5 mg padatan DPPH dalam 100 mL metanol
- Disiapkan larutan pembanding berisi 2 mL metanol dan 1 mL larutan DPPH 50 ppm
- Dibuat larutan uji sampel dari 2 mL masing-masing sampel dan 2 mL larutan DPPH 50 ppm
- Diinkubasi selama 30 menit hingga terjadi perubahan warna dari aktivitas DPPH
- Diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 514 nm
- Dimasukkan dalam persamaan regresi

Nilai IC₅₀

C. Perhitungan

C.1. Perhitungan Volume Metil Salisilat dan Natrium Hidroksida pada Reaksi Hidrolisis

C.1.1. Volume Metil Salisilat

$$\text{Mol C}_8\text{H}_8\text{O}_3 = \frac{\text{m C}_8\text{H}_8\text{O}_3}{\text{mr C}_8\text{H}_8\text{O}_3}$$

$$0,232 \text{ mol} = \frac{\text{m C}_8\text{H}_8\text{O}_3}{152 \text{ g/mol}}$$

$$\text{m C}_8\text{H}_8\text{O}_3 = 35,4 \text{ g}$$

$$\rho \text{ C}_8\text{H}_8\text{O}_3 = \frac{\text{m C}_8\text{H}_8\text{O}_3}{\text{vol C}_8\text{H}_8\text{O}_3}$$

$$1,18 \text{ g/ml} = \frac{35,4 \text{ g}}{\text{vol C}_8\text{H}_8\text{O}_3}$$

$$\text{Vol C}_8\text{H}_8\text{O}_3 = 30 \text{ ml}$$

C.1.2. Volume NaOH 2M

$$\text{Mol NaOH 2M} = \frac{\frac{2 \text{ mol}}{1000 \text{ mL}}}{\frac{0,054 \text{ mol}}{x \text{ mL}}} = \frac{2 \text{ mol}}{0,054 \text{ mol/L}}$$

Volume NaOH yang dibutuhkan = 232 mL

C.2. Perhitungan Massa Asam Salisilat pada Reaksi Esterifikasi

$$\text{Mol asam salisilat} = 0,072 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa asam salisilat} &= 0,072 \text{ mol} \times 138,121 \text{ g/mol} \\ &= 9,95 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\text{Mol anhidrida asetat} = 0,14 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa anhidrida asetat} &= 0,14 \text{ mol} \times 102,09 \text{ g/mol} \\ &= 14,29 \text{ g}\end{aligned}$$

C.3. Perhitungan Mol asam 2-asetiloksisalisilat : anhidrida asetat pada Reaksi Asetilasi

C.3.1. Perbandingan asam 2-asetiloksisalisilat : anhidrida asetat 1:1

$$\text{mol asam 2-asetiloksisalisilat} = \text{mol anhidrida asetat} = 0,027 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{massa asam 2-asetiloksisalisilat} &= 0,027 \text{ mol} \times 180,157 \text{ g/mol} \\ &= 4,86 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{massa anhidrida asetat} &= 0,027 \text{ mol} \times 102,09 \text{ g/mol} \\ &= 2,754 \text{ g}\end{aligned}$$

C.3.2. Perbandingan asam 2-asetiloksisalisilat : anhidrida asetat 1:2

$$\text{mol asam 2-asetiloksisalisilat} = 0,027 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{massa asam 2-asetiloksisalisilat} &= 0,027 \text{ mol} \times 180,157 \text{ g/mol} \\ &= 4,86 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\text{mol anhidrida asetat} = 0,054 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{massa anhidrida asetat} &= 0,054 \text{ mol} \times 102,09 \text{ g/mol} \\ &= 5,508 \text{ g}\end{aligned}$$

C.3.3. Perbandingan asam 2-asetilosalisilat : anhidrida asetat 2:1

mol asam 2-asetilosalisilat = 0,054 mol

massa asam 2-asetilosalisilat = 0,054 mol x 180,157 g/mol

$$= 9,72 \text{ g}$$

mol anhidrida asetat = 0,027 mol

massa anhidrida asetat = 0,027 mol x 102,09 g/mol
= 2,754 g

C.4. Perhitungan Volume Asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat pada Uji Aktivitas Antioksidan

C.4.1 Larutan induk

$$\text{ppm} = \frac{50 \text{ mg}}{0,050 \text{ L}} \\ = 1000 \text{ ppm}$$

C.4.2 Volume pengambilan larutan induk

- Untuk mendapatkan konsentrasi 20 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 20 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

- Untuk mendapatkan konsentrasi 40 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 40 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,4 \text{ mL}$$

- Untuk mendapatkan konsentrasi 80 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 80 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

- Untuk mendapatkan konsentrasi 100 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times 100 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

C.5. Perhitungan Massa Jenis Minyak Gandapura

Massa piknometer (1 mL) kosong = 9.7721 g

Massa setelah penambahan aquades = 10.9238 g

Massa setelah penambahan minyak gandapura =
11.1271 g

Massa aquades = massa setelah penambahan aquades
- massa piknometer kosong

$$= (10.9238 - 9.7721) \text{ g}$$

$$= 1.1517 \text{ g}$$

$$\text{Volume piknometer} = \frac{\text{massa aquades}}{\rho \text{ aquades}} = \frac{1.1517 \text{ g}}{1 \text{ g/ml}}$$

$$= 1,1517 \text{ ml}$$

Massa minyak = massa setelah penambahan minyak
gandapura - massa piknometer
kosong
= (11.1271 - 9.7721) g
= 1.355 g

$$\rho \text{ minyak} = \frac{\text{massa minyak}}{\text{volume piknometer}} = \frac{1.355 \text{ g}}{1,1517 \text{ ml}} = 1,1765 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

Pengukuran dilakukan pada temperatur ruang 22 °C

C.6. Perhitungan Rendemen Produk Hidrolisis



Mol awal metil salisilat ($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$) : 0.232 mol

Mol awal NaOH : 0.464 mol

Mol asam salisilat ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$) : 0.232 mol

Massa teoritis asam salisilat ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$): mol $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$ x

Mr $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$: 0.232 mol x 138 g/mol : 32.016g

$$\begin{aligned} \text{Rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{18.88 \text{ g}}{32.016 \text{ g}} \times 100\% = 58.94\% \end{aligned}$$

C.7. Perhitungan Rendemen Produk Esterifikasi



Mol awal asam salisilat ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$) : 0.070 mol

Mol awal anhidrida asetat ($C_2H_4O_2$) : 0.14 mol
 Mol asam 2-asetilosalisilat ($C_9H_8O_4$) : 0.070 mol
 Massa teoritis $C_9H_8O_4$: mol $C_9H_8O_4$ x Mr $C_9H_8O_4$ =
 0.070 mol x 180 g/mol = 12.60 g

$$Rendemen = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{10.42 \text{ g}}{12.60 \text{ g}} \times 100\% = 80.40\%$$

C.8. Perhitungan Rendemen Produk Asetilasi



a. Asetilasi 1:1

Mol awal asam 2-asetilosalisilat ($C_9H_8O_4$) :
 0.027 mol

Mol awal anhidrida asetat ($C_2H_4O_2$) : 0.027 mol
 Mol asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat ($C_9H_8O_4$):
 0.027 mol

Massa teoritis $C_9H_8O_4$: mol $C_9H_8O_4$ x Mr $C_9H_8O_4$
 : 0.027 mol x 180 g/mol : 4.86 g

$$Rendemen = \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{1.50 \text{ g}}{4.86 \text{ g}} \times 100\% = 30.86\%$$

b. Asetilasi 1:2

Mol awal asam 2-asetilosalisilat ($C_9H_8O_4$) :
 0.027 mol

Mol awal anhidrida asetat ($C_2H_4O_2$) : 0.054 mol
 Mol asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat ($C_9H_8O_4$):
 0.027 mol

Massa teoritis $C_9H_8O_4$: mol $C_9H_8O_4$ x Mr $C_9H_8O_4$
 : 0.027 mol x 180 g/mol : 4.86 g

$$\begin{aligned}
 \text{Rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\% \\
 &= \frac{1.88 \text{ g}}{4.86 \text{ g}} \times 100\% = 38.68\%
 \end{aligned}$$

c. Asetilasi 2:1

Mol awal asam 2-asetilosalisilat ($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$) : 0.054 mol

Mol awal anhidrida asetat ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$) : 0.027 mol

Mol asam 5-asetil-2-hidroksibenzoat ($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$): 0.027 mol

Massa teoritis $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$: mol $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4 \times \text{Mr C}_9\text{H}_8\text{O}_4$: 0.027 mol $\times 180 \text{ g/mol}$: 4.86 g

$$\begin{aligned}
 \text{Rendemen} &= \frac{\text{Massa yang diperoleh}}{\text{Massa teoritis}} \times 100\% \\
 &= \frac{4.60}{4.86} \times 100\% = 94.65\%
 \end{aligned}$$

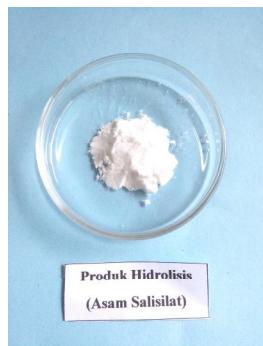
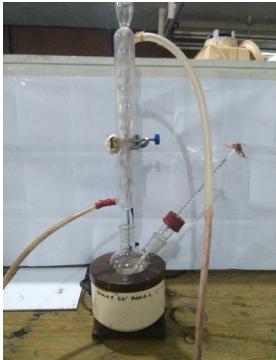
D. Dokumentasi Kegiatan

D.1. Minyak gandapura



Minyak gandapura yang digunakan dalam penelitian

D.2. Reaksi hidrolisis minyak gandapura



Reaksi hidrolisis metil salisilat dalam minyak gandapura dengan katalis NaOH

Produk hidrolisis berupa asam salisilat

D.3. Reaksi esterifikasi produk hidrolisis



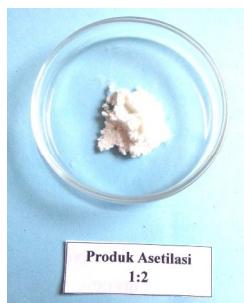
Reaksi esterifikasi produk hidrolisis

Produk esterifikasi berupa asam 2-asetilosalisilat

D.4. Reaksi asetilasi produk esterifikasi (asam 2-asetiloxyisalisisilat) dengan variasi mol anhidrida asetat: asam 2-asetiloxyisalisisilat 1:1, 1:2 dan 2:1



Reaksi asetilasi produk esterifikasi (asam 2-asetiloxyisalisisilat) dengan variasi mol anhidrida asetat: asam 2-asetiloxyisalisisilat 1:1, 1:2 dan 2:1



(A)

(B)

(C)

Reaksi asetilasi produk esterifikasi (asam 2-asetiloxyisalisisilat) dengan variasi mol anhidrida asetat: asam 2-asetiloxyisalisisilat

(A) 1:1, (B) 1:2 dan (C) 2:1

D.5. Penentuan aktivitas antioksidan senyawa hasil sintesis dengan metode DPPH



Penambahan DPPH pada produk asetilasi dengan variasi mol 1:1 sebelum inkubasi 30 menit



Penambahan DPPH pada produk asetilasi dengan variasi mol 1:1 setelah inkubasi 30 menit



Penambahan DPPH pada produk asetilasi dengan variasi mol 1:2 sebelum inkubasi 30 menit



Penambahan DPPH pada produk asetilasi dengan variasi mol 1:2 setelah inkubasi 30 menit



Penambahan DPPH pada produk asetilasi dengan variasi mol 2:1 sebelum inkubasi 30 menit



Penambahan DPPH pada produk asetilasi dengan variasi mol 2:1 setelah inkubasi 30 menit