



**SINTESIS SENYAWA ANTIMIKROBA
DIHIDROPIRIMIDINON MELALUI REAKSI
SIKLOKONDENSASI BIGINELLI MENGGUNAKAN
KATALIS ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia

oleh

Nurizq Mauli Septiani

4311409019

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2013

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh Pembimbing untuk diajukan ke sidang panitia ujian skripsi pada :

Hari : Selasa

Tanggal : 17 September 2013

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

Prof.Dr.Supartono, M.S
NIP. 195412281983031003

Drs. Kusoro Siadi, M.Si
NIP.194804241975011001

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis Senyawa Antimikroba Dihidropirimidinon Melalui Reaksi Siklokondensasi Biginelli Menggunakan Katalis Zeolit Alam.

disusun oleh

Nama : Nurizq Mauli Septiani

NIM : 4311409019

telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES pada:

Hari : Selasa

Tanggal : 17 September 2013

Panitia:

Ketua

Sekretaris

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si
NIP.196310121988031001

Dra.Woro Sumarni, M.Si
NIP. 196507231993032001

Ketua Penguji

Dra. Sri Mursiti, M.Si.
NIP. 196709131999032001

Anggota penguji/
Dosen Utama

Anggota penguji/
Dosen Pendamping

Prof. Dr. Supartono, M.S
NIP. 195412281983031003

Drs. Kusoro Siadi, M.Si
NIP.194804241975011001

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam skripsi ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan jiplakan dari karya tulis orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah. Apabila di kemudian hari terbukti skripsi ini adalah hasil jiplakan dari karya tulis orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Semarang, September 2013

Nurizq Mauli Septiani
NIM 4311409019

MOTO DAN PERSEMBAHAN

Motto

- *Kepintaran tidak menentukan kesuksesan, pilihan baiklah yang menentukannya. Motivasi berasal dari sesuatu yang paling kita hargai (Jim Chatcart)*
- *Takut akan kegagalan seharusnya tidak menjadi alasan untuk tidak mencoba sesuatu. Kepemimpinan adalah anda sendiri dan apa yang anda lakukan (Frederck Smith)*
- *Sesungguhnya Allah tidak membebani manusia melainkan sesuai kemampuannya (QS. Al Baqarah: 286).*

Persembahan

Karya ini dipersembahkan untuk:

1. *Ibu dan bapak tercinta yang selalu memberikan do'a, cinta dan kasih sayang demi tercapainya cita-citaku.*
2. *Adik-adikku (Hafidh dan reza) tersayang yang selalu memberiku semangat dan dukungan.*
3. *Sahabat-sahabatku yang turut memberikan doa dan keceriaan dalam hidupku.*
4. *Teman-teman kost yang senantiasa berbagi kebahagiaan.*
5. *Teman-temanku seperjuangan kimia 09*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah memberikan segala rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Sintesis Senyawa Antimikroba Dihidropirimidinon Melalui Reaksi Siklokondensasi Biginelli Menggunakan Katalis Zeolit Alam”** dalam rangka menyelesaikan studi Strata 1 untuk mencapai gelar Sarjana Sains Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Negeri Semarang.

Dalam penyusunan skripsi ini penulis memperoleh bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang atas kesempatan yang diberikan kepada penulis untuk menyelesaikan studi di Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang yang telah mengesahkan skripsi ini.
3. Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang yang memberikan kemudahan administrasi dalam penyusunan skripsi.
4. Ketua Program Studi Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang
5. Prof. Dr. Supartono, M.S sebagai Dosen Pembimbing 1 dan Drs.Kusoro Siadi, M.Si sebagai Dosen Pembimbing II yang berkenan meluangkan waktu dengan sabar memberikan bimbingan, arahan dan motivasi dalam menyusun Skripsi dari awal sampai akhir kepada penulis.
6. Dra. Sri Mursiti, M.Si sebagai Dosen Penguji yang telah memberikan banyak masukan dan arahan serta motivasi kepada Penulis.

7. Seluruh Dosen Program Studi Kimia yang telah membekali ilmu dan jasanya selama di bangku kuliah.
8. Semua pihak yang turut membantu penyelesaian skripsi yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga skripsi ini berguna dan bermanfaat bagi para pembaca maupun pihak yang berkepentingan.

Semarang, September 2013

Penulis

ABSTRAK

Septiani, Nurizq Mauli. 2013. “*Sintesis Senyawa Antimikroba Dihidropirimidinon Melalui Reaksi Siklokondensasi Biginelli Menggunakan Katalis Zeolit Alam*”. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Universitas Negeri Semarang. Pembimbing I. Prof. Dr. Supartono, M.S. II. Drs. Kusoro Siadi, M.Si

Kata Kunci : Siklokondensasi, Zeolit Alam Teraktivasi, Dihidropirimidinon

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis senyawa antimikroba dihidropirimidinon melalui reaksi siklokondensasi Biginelli menggunakan katalis zeolit alam. Permasalahan dalam penelitian ini adalah berapa suhu reaksi optimum dalam sintesis senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut menggunakan katalis zeolit alam. Tujuan dalam penelitian ini adalah mempelajari suhu reaksi optimum dalam pembuatan senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut menggunakan katalis zeolit alam. Manfaat penelitian ini adalah mengetahui pengaruh suhu reaksi optimum dalam pembuatan senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut. Aktivasi zeolit menggunakan HF, HCl, dan NH₄Cl. Identifikasi kristalinitas dan jenis mineral zeolit dilakukan menggunakan alat XRD merk shimadzu, sedangkan uji luas permukaan zeolit dilakukan menggunakan metode BET. Sintesis senyawa antimikroba dihidropirimidinon, dilakukan pada suhu 40, 50, dan 60°C. Identifikasi senyawa dihidropirimidinon dilakukan dengan uji titik leleh, uji FT-IR dan uji GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis yang dilakukan pada suhu 40, 50 dan 60°C menghasilkan rendemen sebanyak 45,37%, 37,33% dan 30,96%. Pengujian aktivitas antimikroba senyawa dihidropirimidinon dilakukan pada bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan bakteri Gram negatif (*Escherichia coli*) menggunakan metode cakram dengan konsentrasi masing-masing senyawa dihidropirimidinon sebesar 10, 25, 50 dan 100µg/mL. Berdasarkan uji aktivitas antimikroba senyawa dihidropirimidinon, memiliki daya hambat terhadap bakteri Gram negatif dengan daya hambat pada konsentrasi 10, 25, 50 dan 100µg/mL adalah 177, 346, 415 dan 572 m², sedangkan pada bakteri Gram positif tidak menunjukkan adanya daya hambat. Wipol digunakan sebagai kontrol positif dan aquades sebagai kontrol negatif.

ABSTRACT

Septiani, Nurizq Mauli. 2013. “*Synthesis of Dihidropirimidinon Antimicrobial Compounds Through Reactions of Siklokondensasi Biginelli Using Natural Zeolite Catalysts*”. Thesist, Chemistry Department The Faculty of Mathematic and Science Semarang State University. Advisor I. Prof. Dr. Supartono, M.S. II. Drs. Kusoro Siadi, M.Si

Keywords: Cyclocondensation, Natural Zeolite, Dihydropyrimidinon

Research on the synthesis of antimicrobial compounds dihydropyrimidinon through Cyclocondensation Biginelli reaction using natural zeolite catalysts. The problem in this study is how the optimum reaction temperature in the synthesis of compounds dihydropyrimidinon without solvent using zeolite catalysts. The purpose of this research is to study the optimum reaction temperature in the manufacture of compound dihydropyrimidinon without solvent using zeolite catalysts. Benefits of this study was to determine the optimum reaction temperature influence in making dihydropyrimidinon compound without solvent. Activation of zeolites using HF, HCl, and NH₄Cl. Identify the type of zeolite mineral crystallinity and performed using XRD tool brands shimadsu, while the test is done using a zeolite surface area BET method. Dihydropyrimidinon synthesis of antimicrobial compounds, performed at 40, 50, and 60°C. Identification of compounds dihydropyrimidinon done with a melting point test, test FT-IR and test GC-MS. The results showed that the synthesis is carried out at temperature of 40, 50 and 60°C produce as much yield of 45.37%, 37.33% and 30.96%. Testing of antimicrobial activity of compounds dihydropyrimidinon performed on Gram-positive bacteria (*Bacillus cereus*) and Gram negative bacteria (*Escherichia coli*) using the method of discs with the concentration of each compound dihydropyrimidinon by 10, 25, 50 and 100µg/mL. Based on the antimicrobial activity test compounds dihydropyrimidinon, have inhibitory effects against Gram-negative bacteria with inhibition at concentrations of 10, 25, 50 and 100µg/mL are 177, 346, 415 and 572 m², whereas in Gram-positive bacteria showed no inhibition. Wipol used as a positive control and distilled water as a negative control.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	ii
PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN.....	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Penyakit Infeksi.....	5
2.2 Katalis Zeolit.....	6
2.3 Senyawa Antimikroba Dihidropirimidinon.....	10
2.4 Reaksi Siklokondensasi Biginelli.....	11
2.5 <i>Bacillus cereus</i>	14
2.6 <i>Escherichia coli</i>	17
BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1 Lokasi Penelitian	19
3.2 Variabel Penelitian	19

3.3	Alat dan Bahan	20
3.4	Prosedur Penelitian.....	20
3.5	Sterilisasi Alat dan Bahan	22
3.6	Karakterisasi Senyawa Dihidropirimidinon.....	24
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Hasil Penelitian	28
4.2	Pembahasan.....	36
BAB 5 PENUTUP		
5.1	Simpulan	46
5.2	Saran	47
DAFTAR PUSTAKA		48
LAMPIRAN.....		51
GAMBAR.....		81

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur Kerangka Zeolit	6
2.2 Skema Mekanisme Reaksi Permukaan	9
2.3 Reaksi Siklokondensasi Biginelli dari Benzaldehid, Urea dan Etil Asetoasetat dengan Katalis Zeolit Tanpa Pelarut.....	12
2.4 Mekanisme Reaksi Sintesis Senyawa Dihidropirimidinon.....	13
4.1 Difraktogram Zeolit Alam.....	28
4.2 Difraktogram Zeolit Alam Teraktivasi.....	28
4.3 Pengaruh Suhu terhadap Banyaknya Rendemen.....	30
4.4 Spektrum IR Dihidropirimidinon pada Suhu 40°C	31
4.5 Spektrum IR Dihidropirimidinon pada Suhu 50°C.....	32
4.6 Spektrum IR Dihidropirimidinon pada Suhu 60°C	33
4.7 Kromatogram GC-MS Senyawa Hasil Sintesis Dihidropirimidinon.....	34
4.8 Masspeak GC-MS Senyawa Hasil Sintesis Dihidropirimidinon	34
4.9 Pengaruh Konsentrasi Dihidropirimidinon terhadap Daya Hambat Bakteri Gram Positif (<i>Bacillus cereus</i>) dan Bakteri Gram Negatif (<i>Escherichia coli</i>).	35
4.10 Fragmentasi Molekul Senyawa Hasil Sintesis	44

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Perbedaan Komposisi Dinding Sel Bakteri (Gram positif dan Gram negatif).....	16
3.1 Bilangan Gelombang untuk Beberapa Gugus Fungsi	24
4.1 Perbandingan XRD Zeolit Alam dan Zeolit Alam Teraktivasi.....	29
4.2 Perbandingan BET Zeolit Alam dan Zeolit Alam Teraktivasi.....	29
4.3 Sifat Fisik Dihidropirimidinon	30
4.4 Interpretasi Rendemen Dihidropirimidinon	30
4.5 Interpretasi Titik Leleh Dihidropirimidinon	31
4.6 Interpretasi Spektrum IR Dihidropirimidinon pada Suhu 40°C.....	32
4.7 Interpretasi Spektrum IR Dihidropirimidinon pada Suhu 50°C.....	32
4.8 Interpretasi Spektrum IR Dihidropirimidinon pada Suhu 60°C.....	33
4.9 Pengaruh Konsentrasi Senyawa Dihidropirimidinon terhadap Daya Hambat Bakteri	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alur Penelitian	51
2. Pembuatan Larutan.....	56
3. Dokumentasi	58
3.1 Hasil XRD Zeolit Alam teraktivasi.....	58
3.2 Hasil BET Zeolit Alam	63
3.3 Hasil BET Zeolit Alam Teraktivasi	66
3.4 Hasil FT-IR Dihidropirimidinon suhu 40°C	70
3.5 Hasil FT-IR Dihidropirimidinon suhu 50°C	72
3.6 Hasil FT-IR Dihidropirimidinon suhu 60°C	74
3.7 Hasil GC-MS Dihidropirimidinon	76
3.9 Gambar.....	81

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penyakit infeksi masih menjadi penyakit yang umum diderita oleh masyarakat Indonesia, baik lapisan bawah, menengah maupun atas. Disamping itu juga banyak ditemukan mikroba patogen yang resisten terhadap antimikroba tertentu. Upaya untuk mendapatkan senyawa antimikroba baru perlu dilakukan terus menerus. Selama ini, senyawa antimikroba diproduksi oleh berbagai mikroorganisme, binatang dan tumbuhan. Hanya sebagian kecil saja senyawa antimikroba yang diproduksi melalui sintesis organik (Supartono, 2011).

Penyediaan antimikroba merupakan salah satu perhatian utama pemerintah dalam hal kesehatan untuk mengatasi wabah penyakit infeksi yang merupakan penyebab kematian ketiga terbesar di dunia setelah penyakit jantung dan kanker. Sampai saat ini kemampuan Indonesia untuk dapat memenuhi kebutuhan bahan baku antimikroba tidak lebih dari 10% dan sisanya diperoleh melalui impor. Pemakaian antimikroba yang tidak teratur telah terbukti menyumbang peran cukup besar terhadap timbulnya resistensi, hal ini menyebabkan banyak antimikroba yang sering digunakan tidak lagi efektif bahkan peningkatan dosis terapi juga tidak cukup memadai untuk mengatasi penyakit infeksi (Anam, 2012).

Munculnya galur-galur (keturunan) mikroba yang mampu membentuk pertahanan terhadap mikroba tertentu, juga menambah banyaknya kasus terjadinya penyakit infeksi, Oleh karena itu diperlukan suatu tindakan untuk melawan resistensi antibiotik. Penggunaan antimikroba baru merupakan salah satu alternatif yang ditawarkan (Suwandi, 1992).

Salah satu senyawa yang memiliki aktivitas biologis dan bersifat antimikroba adalah derivat dihidropirimidinon (DHPM). Senyawa dihidropirimidinon merupakan hasil reaksi siklokondensasi Biginelli dari aldehid, etil asetoasetat, dan urea atau tiourea. Senyawa dihidropirimidinon memiliki aktivitas biologis baik sebagai antimikroba maupun pengobatan seperti aktivitas antivirus, antimikroba, antitumor, antihipertensi, antikanker, dan antiperadangan (Supartono, 2011).

Dalam perkembangannya, banyak cara yang dilakukan untuk pembuatan senyawa dihidropirimidinon, namun kondisi optimum pembuatan senyawa ini belum diketahui dengan pasti. Pengembangan melalui variasi katalis telah banyak dilakukan, namun penggunaan katalis yang tidak sesuai, juga akan mencemari lingkungan. Hal ini mendorong untuk dikembangkannya pembuatan senyawa dihidropirimidinon dengan katalis zeolit alam yang diharapkan lebih ramah lingkungan.

Katalis adalah suatu substansi dalam jumlah yang relatif sedikit tetapi dapat mengakibatkan perubahan laju reaksi yang besar, katalis hanya mempercepat dicapainya suatu reaksi. Salah satu alternatif katalis yang dapat digunakan adalah katalis heterogen berupa zeolit alam yang memiliki sifat

berupa kemampuan untuk meningkatkan selektifitas dan aktivitas, proses yang lebih bersih, serta mudah dipisahkan setelah produk terbentuk.

Reaksi heterogen adalah reaksi yang berlangsung dalam suatu sistem yang heterogen yakni di dalamnya terdapat dua fasa atau lebih. Banyak reaksi kimia fasa cair maupun gas yang hanya dapat berlangsung pada permukaan padatan karena sifat reaksinya hanya bergantung pada fasa padat. Reaksi ini dikatakan reaksi berkatalisis, yakni fasa padat sebagai katalisnya dan dalam reaksi hidrasi ini zeolit alam yang berperan sebagai fasa padat. Adanya proses adsorpsi reaktan pada situs aktif katalis padat ini akan melepaskan energi dalam bentuk panas sehingga akan mempermudah molekul reaktan melewati energi aktivasi (Utomo, 2007).

Zeolit telah banyak digunakan sebagai katalis asam selama beberapa dekade dalam beberapa industri kimia. Pada perkembangannya, penelitian zeolit sebagai katalis dititik beratkan pada pembuatan katalis zeolit dengan karakter optimal meliputi aktivitas selektifitas yang tinggi serta kestabilan termal yang tinggi pula (Fatimah, 2002).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, permasalahan dalam penelitian ini adalah :

- 1.2.1 Bagaimana karakteristik zeolit sebagai katalis dalam sintesis senyawa dihidropirimidinon melalui reaksi siklokondensasi Biginelli?
- 1.2.2 Berapa suhu reaksi optimum dalam sintesis senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut menggunakan katalis zeolit alam?

- 1.2.3 Bagaimana karakteristik dan aktivitas biologis senyawa dihidropirimidinon yang diujikan pada bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan Gram negatif (*Escherichia coli*)?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.3.1 Mengetahui karakteristik zeolit sebagai katalis dalam pembuatan senyawa dihidropirimidinon melalui reaksi siklokondensasi Biginelli.
- 1.3.2 Mempelajari suhu reaksi optimum dalam pembuatan senyawa Dihidropirimidinon tanpa pelarut menggunakan katalis zeolit alam.
- 1.3.3 Mempelajari karakteristik dan aktivitas antimikroba senyawa dihidropirimidinon yang diujikan pada bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan Gram negatif (*Escherichia coli*).

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.4.1 Memberi informasi karakteristik zeolit sebagai katalis dalam pembuatan senyawa dihidropirimidinon melalui reaksi siklokondensasi Biginelli.
- 1.4.2 Mengetahui pengaruh suhu reaksi optimum dalam pembuatan senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut.
- 1.4.3 Mengetahui karakteristik dan aktivitas antimikroba senyawa dihidropirimidinon yang diujikan pada bakteri gram positif (*Bacillus cereus*) dan Gram negatif (*Escherichia coli*).

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Penyakit Infeksi

Setiap tahun, jutaan orang di seluruh dunia meninggal karena penyakit infeksi. Penyakit infeksi adalah penyakit yang disebabkan oleh virus, bakteri, parasit, dan jamur. Antimikroba merupakan obat yang mujarab dan penting untuk mengatasi infeksi. Antimikroba yang sering ditemui di pasaran seperti penisillin, tetrasiklin, dan streptomisin. Masing-masing antimikroba memiliki kerja yang berlainan terhadap suatu infeksi khusus (Tanu, 2009).

Menurut Tanu (2009), Penggunaan antimikroba terutama yang berspektrum luas dapat menimbulkan super infeksi, yakni suatu infeksi baru yang terjadi akibat terapi infeksi primer menggunakan antimikroba tertentu. Beberapa faktor yang memudahkan timbulnya super infeksi yaitu:

- a. Adanya faktor atau penyakit yang mengurangi daya tahan pasien.
- b. Penggunaan antimikroba yang terlalu lama.
- c. Luasnya spektrum aktivitas antimikroba obat, baik tunggal maupun kombinasi.

Adaptasi mikroorganisme terhadap antimikroba toksik juga tak terelakkan, sehingga resistensi terhadap zat penghambat pertumbuhan tersebar semakin luas dan dapat menjadi ancaman keberhasilan memberantas penyakit infeksi. Resistensi atau kepekaan sebenarnya bukanlah sifat yang mutlak tetapi

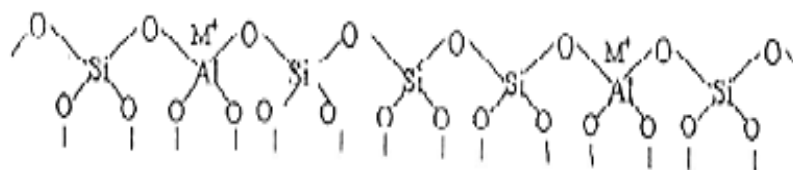
bergantung pada konsentrasi antimikroba. Setiap organisme mempunyai batas konsentrasi antimikroba yang menunjukkan kepekaan mereka, di atas batas berarti peka dan di bawah batas berarti resisten (Suwandi, 1992).

2.2 Katalis Zeolit

Mineral zeolit merupakan kelompok mineral aluminium silikat terhidrasi dengan rumus empirik :



dimana L adalah logam (logam alkali dan alkali tanah terutama Na dan Ca), m, x, y, dan z adalah bilangan 2 sampai 10, sedangkan n adalah koefisien dari H₂O. Struktur kerangka zeolit dibangun oleh tetrahedral (SiO₄)⁴⁻ dan tetrahedral (AlO₄)⁵⁻ yang terikat melalui jembatan atom-atom oksigen sedemikian rupa membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung rongga berisi ion logam alkali atau alkali tanah (Yuanita, 2010). Gambar struktur kerangka zeolit disajikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kerangka zeolit (Yuanita, 2010)

Zeolit memiliki tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka aluminosilikat dan air. Air yang terkandung dalam pori tersebut dapat dilepas dengan pemanasan pada temperatur 300° C sampai dengan 400°C. Jumlah

air yang terkandung dalam zeolit sesuai dengan banyaknya pori atau volume pori (Hamdan, 1992).

Menurut jenisnya, zeolit dibagi menjadi 2 yakni zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam merupakan mineral seperti klinoptilolit, mordenit, phillipsit, chabazit dan leumontit (Yuanita, 2010).

Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor. Keberadaan pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Untuk memperbaiki karakter zeolit alam biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu. Selain untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang terdapat pada zeolit alam, proses aktivasi zeolit juga ditujukan untuk memodifikasi sifat-sifat dari zeolit, seperti luas permukaan dan keasaman. Luas permukaan dan keasaman yang meningkat akan menyebabkan aktivitas katalitik dari zeolit meningkat. Salah satu kelebihan dari zeolit adalah memiliki luas permukaan dan keasaman yang mudah dimodifikasi (Yuanita, 2010).

Zeolit sintetis adalah suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan sifat kimia yang sama dengan zeolit alam. Zeolit ini dibuat dari bahan lain dengan proses sintetis. Secara umum, zeolit mampu menyerap, menukar ion dan menjadi katalis. Zeolit sintetis dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama seperti zeolit alam (Saputra, 2006).

Kemampuan zeolit sebagai katalis ditentukan oleh struktur dan komposisi zeolit. Keberadaan zeolit dalam reaksi katalitik heterogen menjadi relatif penting disebabkan struktur zeolit yang berpori dan sifat alami dari Al^{3+} , Si^{4+} , O^{2-} yang saling terikat dengan pola tertentu. Beberapa faktor yang berpengaruh dalam

reaksi katalitik heterogen antara lain adalah keasaman zeolit, luas permukaan zeolit, selektifitas zeolit, dan penyaring molekuler (Handoko, 2006).

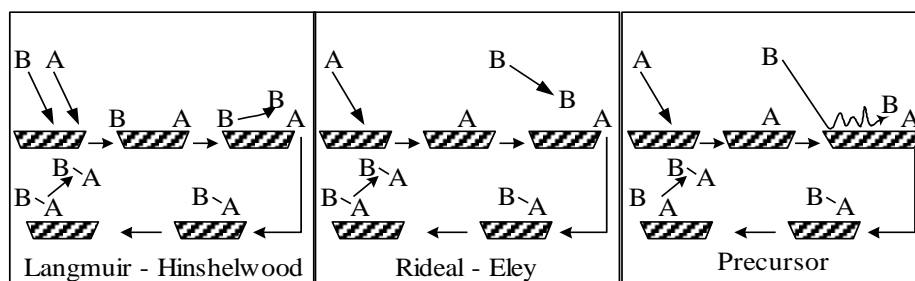
Keasaman zeolit merupakan salah satu faktor penting dalam penggunaan zeolit sebagai pengemban dan katalis. Penggunaan zeolit sebagai katalis dapat dioptimalkan dengan perlakuan asam, hidrotermal, kalsinasi, oksidasi, impregnasi logam Cr, dan reduksi yang akan meningkatkan rasio Si/Al, keasaman, dan luas permukaan spesifik suatu zeolit. Sifat lain dari zeolit yang juga berpengaruh terhadap peranannya dalam katalis adalah :

- a. Komposisi kerangka dan struktur pori zeolit mengatur muatan kerangka dan mempengaruhi stabilitas termal dan asam dari zeolit.
- b. Kenaikan rasio Si/Al akan berpengaruh pada stabilitas zeolit terhadap temperatur tinggi dan lingkungan yang reaktif seperti naiknya keasaman.
- c. Medan elektrostatis zeolit, yang menyebabkan interaksi adsorpsi dengan molekul lain berubah-ubah.

Adsorpsi adalah suatu proses dimana molekul-molekul fluida menyentuh dan melekat pada permukaan padatan. Proses adsorpsi dapat berlangsung apabila suatu permukaan padatan dan molekul-molekul gas atau cair, dikontakkan dengan molekul-molekul tersebut, maka di dalamnya terdapat gaya kohesif termasuk gaya hidrostatis dan gaya ikatan hidrogen yang bekerja di antara molekul seluruh material. Gaya-gaya yang tidak seimbang pada batas fase tersebut menyebabkan perubahan-perubahan konsentrasi molekul pada interfase solid/fluida. Padatan berpori yang menyerap (*adsorption*) dan melepaskan (*desorption*) suatu fluida disebut adsorben. Zeolit merupakan salah satu jenis adsorben yang mengadsorpsi

secara fisik, yaitu adsorpsi yang disebabkan adanya gaya Van der Waals dan gaya hidrostatis antara molekul adsorbat sehingga atom membentuk permukaan adsorben tanpa adanya ikatan kimia.

Ada tiga tipe umum reaksi permukaan yaitu reaksi permukaan yang mengikuti mekanisme Langmuir-Hinshelwood, Rideal-Eley, dan *precursor* (Prianto, 2008). Mekanismenya ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema mekanisme reaksi permukaan.

Pada mekanisme Langmuir-Hinshelwood, kedua pereaksi (A) dan (B) teradsorpsi di permukaan aktif katalis kemudian keduanya bereaksi membentuk kompleks A-B (produk), dan pada akhirnya kompleks tersebut terdesorpsi. Apabila hanya salah satu pereaksi yang teradsorpsi di permukaan maka mekanismenya mengikuti mekanisme Rideal-Eley. Apabila (A) yang berada di permukaan bereaksi dengan masuknya (B) akan menghasilkan kompleks A-B kemudian kompleks A-B terdesorpsi. Sedangkan dalam mekanisme *precursor*, A teradsorpsi dan B bertabrakan dengan permukaan memasuki keadaan *precursor* yang bergerak. *Precursor* memantul pada permukaan sampai masuknya molekul A dan bereaksi dengan *precursor* menghasilkan kompleks A-B sampai terdesorpsi kembali.

2.3 Senyawa Antimikroba Dihidropirimidinon

Telah banyak dilaporkan bahwa 3,4-dihidropirimidin-2(1H)-on dan turunannya yang memiliki kerangka dihidropirimidin dan berbagai macam aktivitas farmakologi dan terapeutik (Kappe, 1993; 2000).

Senyawa dihidropirimidinon ini, memperlihatkan aktivitas sebagai antivirus (Mayer *et al.*, 1999), antihipertensi (Atwal *et al.*, 1991), antimikroba, anti inflamasi (Kappe, 1993). Sebagian struktur tertentu ditemukan pada marin alkaloid yang mampu menghambat pengikatan HIV gp-120 ke sel CD4, yang sangat berguna dalam pengobatan AIDS. Semakin banyaknya penelitian bidang senyawa ini dan terutama sintesisnya, maka akan lebih banyak ditemukan senyawa-senyawa yang lebih poten dan mempunyai sifat-sifat yang lebih unggul dalam pengobatan (Ritmaelani, 2006).

Bose *et al.*, (2005) mengembangkan metode sederhana, efisien dan lebih murah dalam sintesis 3,4-dihidropirimidin-2(1H)-on dengan menggunakan benziltriethylamonium klorida sebagai katalis pada kondisi bebas pelarut.

Rameshwar *et al.*, (2008) telah melakukan sintesis senyawa 3,4-dihidropirimidin-2(1H)-on menggunakan etil asetoasetat atau metil asetoasetat, urea atau tiourea dan aldehyd aromatik dengan SnCl_4 pada kondisi bebas pelarut. SnCl_4 adalah katalis asam lewis yang sangat kuat dan mempunyai kelarutan yang tinggi dalam pelarut organik maupun air. Waktu yang dibutuhkan untuk reaksi ini antara 30-90 menit dan menghasilkan rendemen sebesar 81-91%.

Salehi *et al.*, (2010) mengembangkan sintesis 3,4-dihidropirimidin-2(1H)-on menggunakan katalis asam molibdophosphorik pada kondisi bebas pelarut

dibawah penyinaran gelombang mikro (*microwave*). Sintesis dengan penyinaran gelombang mikro, memiliki keunggulan waktu reaksi yang lebih cepat dengan hasil rendemen yang lebih tinggi apabila dibandingkan dengan pemanas biasa atau dengan proses yang sederhana. Penggunaan katalis yang optimal pada reaksi ini sebesar 2% $\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$ menghasilkan rendemen sebanyak 79% di bawah penyinaran gelombang mikro (*microwave*) 600 W dan waktu radiasi 7 menit.

Baru-baru ini, Patil *et al.*, (2011) juga mengembangkan sintesis 3,4-dihidropirimidin-2(1H)-on menggunakan jus nanas sebagai katalis alami. Sifat asam yang dimiliki jus nanas (pH=3,7) dapat digunakan sebagai katalis asam pengganti berbagai katalis asam homogen. Katalis asam dari jus nanas juga memiliki keunggulan yaitu bersifat lebih ramah lingkungan. Penelitian ini dilakukan pada suhu kamar dengan waktu 3,5 jam dan menghasilkan rendemen sebanyak 82%.

2.4 Reaksi Siklokondensasi Biginelli

Reaksi Biginelli adalah salah satu reaksi siklokondensasi multikomponen paling berguna. Reaksi siklokondensasi Biginelli pertama kali dilaporkan oleh Pietro Biginelli pada tahun 1893.

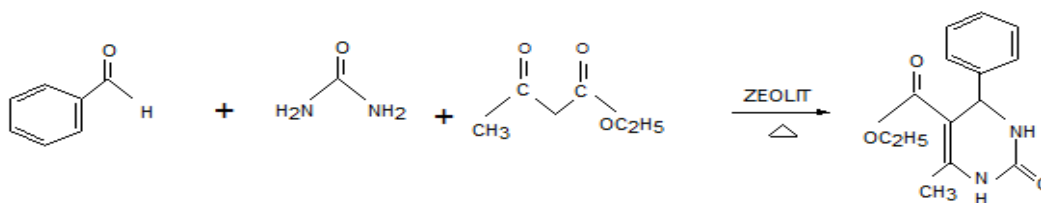
Siklokondensasi Biginelli merupakan reaksi organik multikomponen yang menghasilkan senyawa 3,4-dihidropirimidin-2-(1H)-on dan derivat-derivatnya yang memiliki aktivitas biologis dan farmakologis. Reaksi siklokondensasi Biginelli merupakan sintesis satu reaktor (*one-pot*), sederhana dan multikomponen dari suatu senyawa antimikroba. Reaksi siklokondensasi Biginelli seringkali

menghasilkan rendemen yang tidak memuaskan (20-60%), kondisi reaksi yang keras, dan memerlukan waktu reaksi yang lama (Amini *et al.*, 2006).

Beberapa tahun terakhir banyak metode yang dikembangkan dalam penelitian ini untuk memperbaiki dan mengembangkan hasilnya, misalnya adalah penggunaan katalis asam lewis dan asam protik dibawah refluks, kondisi bebas pelarut, dan menggunakan penyinaran gelombang mikro (Amini *et al.*, 2006).

Zeolit adalah salah satu contoh katalis asam padat, dan dipilih sebagai katalis karena memiliki beberapa keunggulan seperti mudah dipisahkan dari produk karena tidak larut dalam media reaksi, secara termal lebih stabil pada suhu tinggi, dan memiliki ukuran pori yang besar sehingga dapat meningkatkan aktivitas katalitiknya.

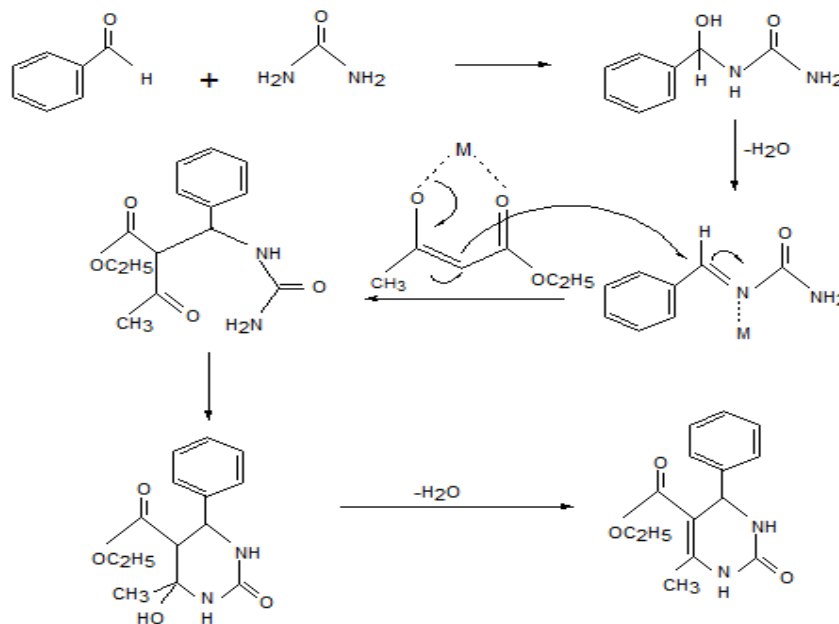
Sintesis senyawa 3,4-dihydropirimidin-2-(1H)-on melalui reaksi siklokondensasi Biginelli dari senyawa benzaldehid, urea dan etil asetoasetat menggunakan katalis zeolit tanpa pelarut disajikan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi Siklokondensasi Biginelli dari benzaldehid, urea dan etil asetoasetat dengan katalis zeolit dalam tanpa pelarut.

Mekanisme reaksi sintesis senyawa dihidropirimidinon ini disajikan pada

Gambar 2.4.



(M = Zeolit)

Gambar 2.4 Mekanisme reaksi sintesis senyawa dihidropirimidinon.

Berdasarkan mekanisme reaksi pembentukan senyawa dihidropirimidinon dapat diterangkan bahwa dengan adanya katalis asam akan memprotonasikan atom oksigen pada gugus karbonil benzaldehid yang selanjutnya akan mengaktifasi penyerangan pasangan elektron bebas dari arah atom nitrogen urea ke arah atom karbon pada gugus karbonil benzaldehid yang bersifat elektrofil membentuk intermediet ion iminium. Etil asetoasetat juga akan mengalami protonasi pada gugus karbonilnya dan berikatan dengan atom H pada zeolit sehingga terbentuk suatu enol, yang kemudian menyerang ion iminium. Penyerangan ion iminium oleh bentuk etil asetoasetat menghasilkan ureida rantai

terbuka yang selanjutnya mengalami siklisasi dan melepas air membentuk produk 5-etoksikarbonil-4-fenil-6-metil-3,4-dihidropirimidin-2(1H)-on.

Banyak modifikasi metode ini melibatkan pelarut-pelarut yang mahal, kondisi asam yang sangat kuat, waktu reaksi yang lama, temperatur reaksi yang tinggi, jumlah katalis yang stoikiometri, yang kemudian berdampak pada polusi lingkungan dan masih juga memberikan rendemen yang belum memuaskan (Dallinger and Kappe, 2005).

Upaya penggunaan katalis heteropoliasam pada 3 dekade terakhir ini juga telah dilakukan. Katalis heteropoliasam telah menemukan sejumlah aplikasi sebagai katalis yang bermanfaat dan serbaguna. Katalis ini berupa padatan yang tak larut dalam pelarut-pelarut non polar tetapi sangat larut dalam pelarut polar. Katalis heteropoliasam memang memberikan sejumlah keuntungan, meliputi fleksibilitasnya yang tinggi dalam modifikasi kekuatan asam, mudah penanganannya, cocok bagi lingkungan, tidak beracun, dan kesederhanaan eksperimennya (Supartono, 2011).

2.5 *Bacillus cereus*

2.5.1 Sistematika *Bacillus cereus*

Bacillus cereus dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom	: Bacteria
Divisio	: Firmicotes
Kelas	: Bacilli
Ordo	: Bacillales
Family	: Bacillaceae

Genus : *Bacillus*

Spesies : *Bacillus cereus*

2.5.2 Sifat *Bacillus cereus*

Bakteri ini mempunyai ukuran sel selebar 1,0-1,2 nm dengan panjang 3-5 nm, berbentuk batang dan membentuk rantai. *Bacillus cereus* tersebar secara luas pada tanah, udara, dan debu serta merupakan bakteri gram positif, aerobik fakultatif. *Bacillus cereus* dapat tumbuh pada suhu 5-50°C dengan suhu optimum 35-40°C. Bakteri ini dapat berkembang dengan baik pada medium dengan pH 4,5-9,3 (Wardaningsih, 2008).

2.5.3 Dinding sel *Bacillus cereus*

Dinding sel yaitu struktur yang amat kaku yang memberikan bentuk pada sel. Tebal dinding sel kebanyakan bakteri berkisar antara 10-35 nm, namun pada beberapa dinding sel amat tebal. Dinding sel merupakan bagian nyata dari berat kering total sel. Dinding sel mempunyai arti penting bagi pembelahan dan pertumbuhan bakteri. Perbedaan komposisi dinding sel bakteri Gram positif dan Gram negatif disajikan dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Perbedaan komposisi dinding sel bakteri (Gram positif dan Gram negatif).

Ciri	Perbedaan Relatif	
	Gram positif	Gram negatif
Struktur dinding sel	Tebal (15-80 nm) Berlapis tunggal (mono)	Tebal (10-15 nm) Berlapis tiga (multi)
Komposisi dinding sel	Kandungan lipid rendah (1-4%). Peptidoglikan ada sebagai lapisan tunggal, >50% berat kering	Peptidoglikan ada di lapisan baku sebelah dalam, jumlahnya sedikit, merupakan 10% berat kering
Kerentanan terhadap penisilin	Lebih rentan	Kurang rentan
Pertumbuhan dihambat oleh warna dasar	Pertumbuhan dihambat dengan nyata	Pertumbuhan tidak begitu dihambat
Persyaratan nutrisi	Relatif rumit pada banyak spesies	Relatif sederhana
Resistensi terhadap gangguan fisik	Lebih resisten	Kurang resisten

Untuk mengetahui bakteri Gram positif dan Gram negatif dilakukan pengecatan. Pengecatan yang digunakan untuk mengamati bakteri adalah pewarnaan sederhana, yakni pewarna yang hanya menggunakan satu macam zat warna. Menurut reaksinya terhadap sel bakteri, pewarnaan positif misalnya dengan menggunakan Kristal violet, basic fuchsin, dan metilen blue, warna yang dihasilkan adalah warna ungu. Pewarnaan negatif yakni pewarnaan dengan hanya mewarnai latar belakangnya saja, menggunakan basic fuchsin dan metilen blue,

tetapi tidak menggunakan Kristal violet sehingga warna yang dihasilkan adalah merah muda (Digwijaya, 2006).

2.6 *Escherichia coli*

2.6.1 Sistematika *Escherichia coli*:

Escherichia coli dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom	: Bacteria
Divisio	: Protobacteria
Kelas	: Gamma Protobacteria
Ordo	: Enterobacteriales
Family	: Enterobacteriaceae
Genus	: <i>Escherichia</i>
Spesies	: <i>Escherichia coli</i>

2.6.2 Morfologi *Escherichia Coli*

Bakteri *Escherichia coli* termasuk bakteri yang berbentuk batang, Memiliki ukuran lebar 0,5 μm -1,0 μm dan panjang 1,0 μm -3,0 μm . Terdapat dalam keadaan tunggal dan membentuk rantai pendek. *Escherichia coli* termasuk bakteri mesofil, dapat hidup pada suhu 25°C-40°C dan tumbuh secara optimum pada suhu 30°C-37°C. Bakteri ini dapat berkembang dengan baik pada medium dengan pH 6-8 (Digwijaya, 2006).

2.6.3 Sifat *Escherichia coli*

Escherichia coli merupakan bakteri Gram negatif. Pada keadaan aerob menggunakan senyawa organik sebagai sumber energi, sedangkan pada keadaan anaerob energi diperoleh dari fermentasi karbohidrat (Wardaningsih, 2008).

Secara normal *Escherichia coli* ada dalam usus besar manusia dan hewan berdarah panas, tetapi dapat bersifat patogen dengan menimbulkan bermacam-macam penyakit ekstra testinal dan imunitas intestium. *Escherichia coli* telah bertahun-tahun diduga sebagai penyebab diare pada manusia dan hewan, karena *Escherichia coli* menghasilkan enterotoksin yang secara tidak langsung menyebabkan kehilangan cairan atau inflasi lapisan epithelium dinding usus yang menyebabkan peradangan dan kehilangan cairan (Digwijaya, 2006).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Organik FMIPA Universitas Negeri Semarang.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang nilainya divariasi. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah suhu sintesis senyawa dihidropirimidinon yang dilakukan pada suhu 40, 50 dan 60°C.

3.2.2 Variabel terikat

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel terikat pada penelitian ini adalah banyaknya rendemen senyawa dihidropirimidinon yang dihasilkan.

3.2.3 Variabel terkendali

Variabel terkendali adalah faktor yang mempengaruhi hasil reaksi, tetapi dapat dikendalikan. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah konsentrasi mol pereaksi, waktu, massa katalis yang digunakan dan higienitas.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat yang digunakan dalam penelitian ini:

Erlenmeyer, hotplate, cawan patri, mortal dan lumpang, oven, labu ukur, pipet volume, autoclave, ayakan 100 mesh, *Melting Point* SMP-1, beaker glass, pengaduk magnetik, termometer, Spektrofotometer IR (Shimadzu FTIR-8201 PC dan FT-IR Thermo Nicolet AVATAR 360), BET NOVA 1200 e quantachrome, XRD dan spektrometer massa (GC-MS Shimadzu QP-5000).

3.3.2 Bahan yang digunakan dalam penelitian ini:

Zeolit Alam (PT. Prima Zeolita), NH_4Cl 1M (E. Merck), HF 1% (E. Merck), HCl 6M, benzaldehida (E. Merck), urea, etil asetoasetat (E. Merck), etanol (E. Merck), nutrien agar, pepton, ekstrak daging, bakteri *Escherichia coli*, bakteri *Bacillus cereus*, wipol, aquademin dan aquades.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Perlakuan awal zeolit alam

Sebanyak 300 gram zeolit alam diayak dengan ayakan 100 mesh, serbuk zeolit yang lolos ayakan lalu dicuci dengan aquademin 2L, diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam pada temperatur kamar. Hasilnya kemudian disaring dan residu dikeringkan dalam oven selama 4 jam dengan suhu 120°C , lalu dihaluskan dengan mortal dan lumpang. Residu zeolit kemudian diayak kembali dengan ayakan 100 mesh. Zeolit alam yang telah lolos ayakan, kemudian diaktivasi. Sedangkan zeolit yang belum lolos ayakan, dihaluskan kembali dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

3.4.2 Aktivasi zeolit dengan perlakuan HF, HCl, dan NH₄Cl

Sebanyak 100 gram zeolit alam yang telah lolos ayakan, direndam dengan HF 1% sebanyak 200 mL, selama 30 menit. Kemudian dicuci dengan aquademin sampai pH netral lalu disaring. Keringkan residu dengan oven selama 4 jam dengan suhu 120°C. Endapan zeolit yang telah kering kemudian direndam dalam HCl 6M 200 mL selama 30 menit, aduk dengan pengaduk magnetik, lalu disaring dan dicuci berulang kali dengan aquademin sampai bebas ion Cl⁻ (dapat dideteksi dengan larutan AgNO₃). Kemudian residu yang didapat, direndam kembali dalam 250 mL NH₄Cl 1M dan panaskan pada temperatur 90°C selama 3 jam per hari, ulangi perlakuan tersebut selama 7 hari sambil diaduk dengan pengaduk magnetik. Hasilnya kemudian disaring, residunya dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 4 jam. Zeolit yang telah kering dihaluskan dengan mortal dan lumpang, kemudian ayak dengan pengayak 100 mesh. Didapatkan zeolit alam aktif yang telah lolos ayakan, sedangkan zeolit alam aktif yang belum lolos ayakan dihaluskan kembali menggunakan mortal dan lumpang kemudian di ayak kembali sampai semuanya lolos ayakan 100 mesh.

3.4.3 Sintesis dan Pemurnian Dihidropirimidinon

Sintesis senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut, dilakukan pada variasi suhu 40, 50 dan 60°C dengan cara sebagai berikut:

Benzaldehid (2,12 g, 20 mmol), Etil asetoasetat (2,6 g, 20 mmol), Urea (1,2 g, 20 mmol) dan zeolit sebanyak 0,592 g dimasukkan dalam erlenmeyer, kemudian distirer pada suhu (40, 50 dan 60°C) selama 15-30 menit. Hentikan stirer dan pemanasan, campuran reaksi yang telah memadat lalu ditambah 8 mL etanol dan

panaskan pada suhu 70-80°C selama 10 menit kemudian saring hasilnya. Filtratnya kemudian dimasukkan dalam lemari pendingin selama 1 hari sampai terbentuk kristal kemudian disaring, sehingga didapatkan filtrat dan padatan (Kristal dihidropirimidinon). Padatan kristal hasil sintesis, kemudian direkristalisasi dengan 4 mL etanol panas dan saring sehingga didapatkan senyawa dihidropirimidinon murni.

3.5 Sterilisasi Alat dan Bahan

3.5.1 Sterilisasi Alat

Alat yang telah dicuci kering direndam dalam alkohol 70% lalu ditunggu sampai kering. Kemudian tutup bagian mulut alat dengan kapas dan kertas sampul, kemudian ikat dengan tali. Selanjutnya alat-alat tersebut dimasukkan ke dalam oven, setelah suhunya mencapai 180°C didiamkan selama 2 jam dan oven dimatikan. Ketika suhunya turun, sampai suhu kamar kemudian alat diambil dan disimpan di rak.

3.5.2 Pembuatan Nutrien Agar (NA) dan Nutrien Broth (NB)

3.5.2.1 Nutrien Agar (NA)

Menimbang serbuk nutrien agar "Oxoid" sebanyak 10 gram, 2 gram pepton, dan 1 gram ekstrak daging lalu dimasukkan dalam erlenmeyer, ditambah aquades sampai dengan 250 mL, kemudian dipanaskan sambil diaduk dengan pengaduk magnetik hingga homogen. Cek pH dengan kertas indikator universal bila terlalu asam ditambahkan NH_4Cl 1N sampai pH=7. Medium agar yang telah

siap dimasukkan dalam cawan patri kemudian ditutup dengan kapas dan kertas sampul coklat untuk kemudian disterilkan.

3.5.2.2 *Nutrien Broth (NB)*

Menimbang 2 g pepton dan 1 g ekstrak daging lalu ditambah aquades 250 mL, kemudian dipanaskan sambil diaduk dengan pengaduk magnetik sampai semuanya larut. Cek pH dengan kertas indikator, apabila terlalu asam, ditambahkan NH_4Cl 1N sampai pH= 7. Medium kaldu yang telah siap dimasukkan dalam wadah tahan panas kemudian ditutup dengan kapas dan kertas sampul coklat untuk kemudian disterilkan.

3.5.3 Sterilisasi Bahan

Bahan yang akan disterilkan (Nutrien agar, Nutrien Broth dan aquades) dimasukkan dalam wadah yang tahan panas kemudian ditutup dengan kapas dan kertas sampul kemudian diikat dengan tali. Bahan dimasukkan dalam autoclave yang telah diisi air, suhunya diatur sampai 121°C dan 2 atm dan dibiarkan sampai 20 menit. Setelah sterilisasi selesai autoclave ditunggu sampai dingin kemudian dibuka dan bahan dikeluarkan.

3.5.4 Penyiapan Bakteri

Pengambilan bakteri dilakukan menggunakan jarum ose, yaitu 1 ose biakan murni dimasukkan ke dalam 10 mL medium NB (Nutrien Broth) secara aseptis.

3.6. Karakterisasi Senyawa Dihidropirimidinon

3.6.1 Uji titik leleh

Pemeriksaan titik leleh dilakukan dengan menggunakan *Melthing point* SMP-1. Senyawa dihidropirimidinon hasil reaksi sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler, kemudian dimasukkan ke dalam alat pengukur titik leleh. Pengamatan titik leleh dilakukan secara langsung pada saat senyawa mulai meleleh hingga meleleh semua.

3.6.2. Uji FT-IR

Pengujian dengan IR berfungsi untuk menentukan gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa. Uji IR untuk senyawa dihidropirimidinon dinyatakan sesuai apabila terdapat bilangan gelombang seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Bilangan gelombang untuk beberapa gugus fungsi.

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang
N-H (sekunder)	3500 cm ⁻¹
C- H (alifatik)	3000-2850 cm ⁻¹
C=O (karbonil)	1820-1660 cm ⁻¹
C=C (alkena)	1660-1600 cm ⁻¹
C=C (aromatik)	1600-1475 cm ⁻¹
CH ₂	1500-1400 cm ⁻¹
CH ₃	1400-1356 cm ⁻¹
C-O (ester)	1300-1000 cm ⁻¹

(Sastrohamidjojo, 1992).

3.6.3 Uji GC-MS

Kromatografi adalah pengujian metode analisis yang bertujuan untuk memisahkan komposisi sampel menjadi komponen komponennya. Pengujian dengan GC-MS perlu dilakukan, spektrum MS senyawa hasil sintesis diinterpretasikan dengan melihat ion molekul yang muncul sehingga dapat diketahui massa molekul (Mr), jumlah senyawa, konsentrasi senyawa dan rumus struktur senyawa hasil sintesis.

3.6.4 Uji Aktivitas Antimikroba

Pengujian aktivitas antimikroba ini memakai metode "Cakram". Medium nutrisi agar yang akan digunakan sebagai medium pertumbuhan bakteri disediakan dengan cara memanaskan NA kembali, kemudian dituangkan ke dalam cawan patri steril secara aseptis. Bakteri ditanam pada medium NA dengan cara memasukkan 1 mL biakan bakteri menggunakan jarum ose, ke dalam medium NA kemudian ratakan diatas permukaan medium agar.

Sebuah cawan patri yang telah berisi medium agar dan biakan bakteri, diisikan 6 buah *Paper disc*, masing-masing *paper disc* dicelupkan ke dalam senyawa dihidropirimidinon yang masing-masing konsentrasinya 10, 25, 50 dan 100µg/mL, kemudian didiamkan selama 1 jam. Sebagai kontrol positif menggunakan *paper disc* yang dicelupkan ke dalam wipol dan kontrol negatif menggunakan *paper disc* yang dicelupkan pada aquades.

Cawan patri yang berisi pembenihan bakteri diinkubasi selama 12 jam pada suhu 37°C secara terbalik, kemudian diamati dan diukur daerah hambat

pertumbuhan bakteri di sekitar *paper disc*, dilanjutkan dengan menghitung luas daerah hambat.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada bab ini, peneliti membahas hasil penelitian tentang sintesis senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut, menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi.

Hal-hal yang akan dibahas antara lain mengenai:

1. Pengaktifasian zeolit alam dan karakterisasinya dengan menggunakan XRD dan BET.
2. Waktu reaksi yang optimum untuk sintesis senyawa dihidropirimidinon menggunakan katalis zeolit alam teraktivasi.
3. Karakterisasi senyawa dihidropirimidinon menggunakan titik leleh, FT-IR dan GC-MS.
4. Uji aktivitas antimikroba senyawa dihidropirimidinon yang diujikan pada bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan Gram negatif (*Escherichia coli*).

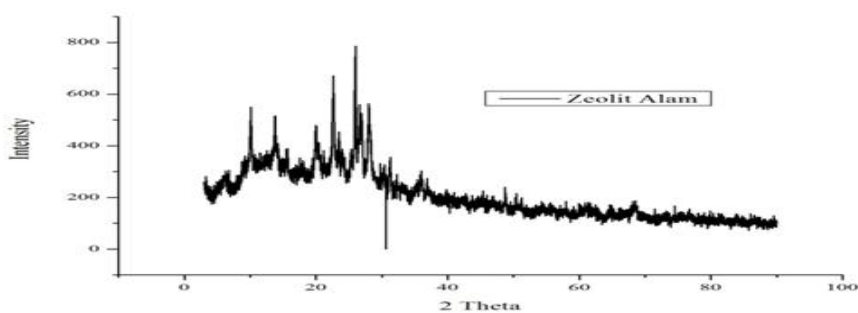
Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

4.1 Hasil Penelitian

4.1.1 Preparasi dan Aktivasi Katalis zeolit Alam

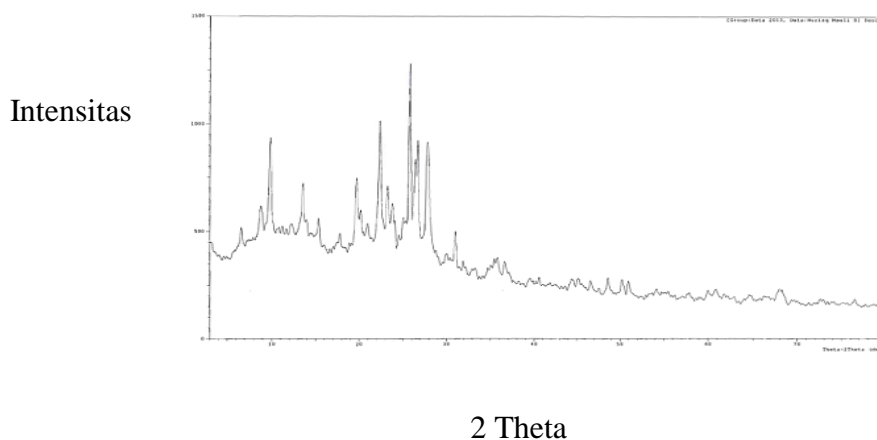
4.1.1.1 Penentuan kristalinitas zeolit alam

Penentuan kristalinitas zeolit alam dilakukan menggunakan metode uji kualitatif yaitu menggunakan alat Shimadzu-7000 *X-Ray Diffractometer* (XRD). Hasil difraksi zeolit alam dan zeolit alam teraktivasi disajikan pada Gambar 4.1 dan 4.2.



Gambar 4.1 Difraktogram Zeolit Alam

Hasil yang diperoleh untuk zeolit alam menunjukkan 3 puncak yang tajam di antara puncak-puncak yang lainnya pada daerah 2θ : $28,0000^{\circ}$; 2θ : $25,9507^{\circ}$; 2θ : $22,5913^{\circ}$.



Gambar 4.2 Difraktogram Zeolit Alam Teraktivasi

Hasil yang diperoleh untuk zeolit alam teraktivasi menunjukkan 3 puncak yang tajam di antara puncak-puncak yang lainnya pada daerah 2θ : $25,7382^{\circ}$; 2θ : $22,3337^{\circ}$; 2θ : $27,7964^{\circ}$. Hasil karakterisasi zeolit Alam dan Zeolit Alam Teraktivasi disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandingan XRD Zeolit Alam dan Zeolit Alam Teraktivasi

Mineral	Zeolit Alam			Zeolit Alam Teraktivasi		
	2 Theta	Harga d (Å)	Intensitas	2 Theta	Harga d (Å)	Intensitas
SiO ₂ (kuarsa) (JCPDS, kode: 87-2096)	28,0000	3,18409	189	27,7964	3,20694	349
Na ₂ Al ₂ Si ₁₃ .3O ₂ (Mordenitte) (JCPDS,kode: 49-0924)	25,9507	3,43069	325	25,7382	3,45853	589
CaCO ₃ (Calcite) (JCPDS,kode: 55-0158)	22,5913	3,93268	225	22,3337	3,97745	390

4.1.1.2 Penentuan luas permukaan pada zeolit alam

Penentuan luas permukaan zeolit alam dilakukan menggunakan BET, hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan zeolit alam sebelum diaktivasi.

Tabel 4.2 Perbandingan BET antara zeolit alam dengan zeolit alam teraktivasi

Sampel	Slope	Intersep	Koefisien Korelasi (r)	Konstanta (C)	Luas Permukaan
Zeolit Alam	123,421	$1,519 \times 10^{-1}$	0,999	813,535	28,182 m ² /g
Zeolit Alam Teraktivasi	104,037	$1,590 \times 10^{-1}$	0,999	655,352	33,423 m ² /g

Hasil karakterisasi zeolit alam diinterpretasikan dalam Tabel 4.2, dimana zeolit alam setelah aktivasi akan meningkat luas permukaannya sebesar 5,241 m²/g.

4.1.2 Identifikasi senyawa dihidropirimidinon

Sintesis senyawa dihidropirimidinon, melalui reaksi siklokondensasi Biginelli dapat diidentifikasi berdasarkan sifat fisiknya. Sifat fisik dari senyawa dihidropirimidinon dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Sifat fisik dihidropirimidinon

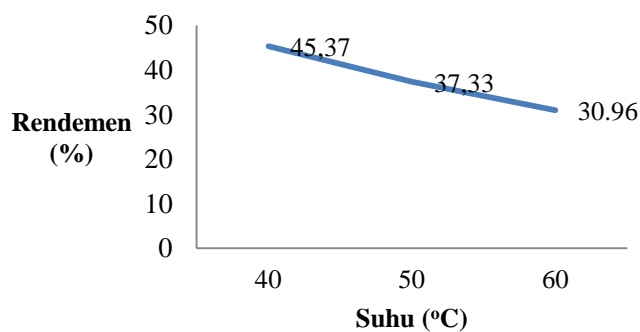
No	Sifat Fisik	Keterangan
1.	Wujud	Padatan
2.	Warna	Putih
3.	Bau	Menyengat

Sintesis senyawa dihidropirimidinon, dilakukan pada suhu 40, 50 dan 60°C dengan kondisi bebas pelarut. Masing-masing variasi suhu didapatkan rendemen yang berbeda. Hasil rendemen pada masing-masing suhu disajikan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Interpretasi rendemen dihidropirimidinon

No	Suhu	Rendemen
1.	40°C	45,37 %
2.	50°C	37,33 %
3.	60°C	30,96 %

Pengaruh suhu terhadap banyaknya rendemen disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Grafik pengaruh suhu terhadap banyaknya rendemen

4.1.3 Analisis senyawa dihidropirimidinon

4.1.3.1 Analisis senyawa dihidropirimidinon dengan uji titik leleh

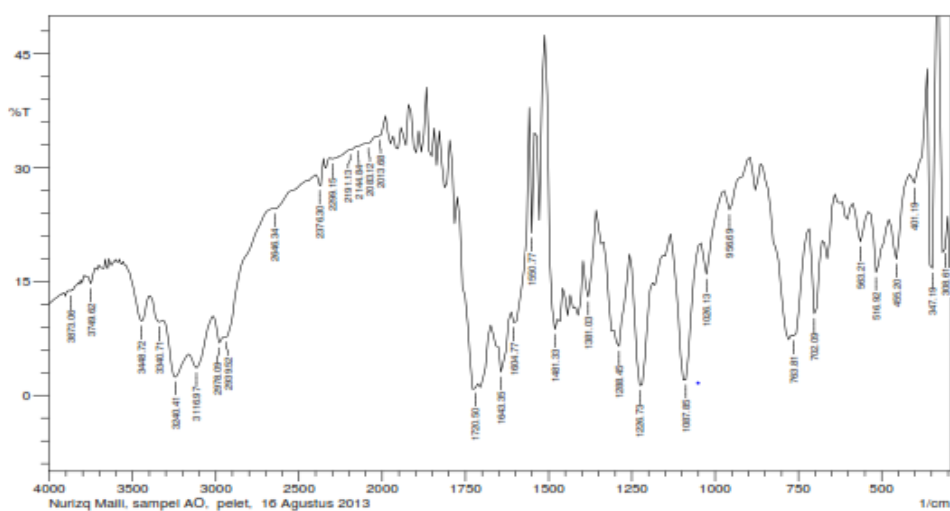
Pengujian titik leleh dilakukan menggunakan *Melthing point* SMP-1. Senyawa dihidropirimidinon hasil reaksi sintesis dimasukkan dalam pipa kapiler, kemudian dimasukkan ke dalam alat. Pengamatan titik leleh dilakukan secara langsung pada saat senyawa mulai meleleh hingga meleleh semua. Hasil pengujian titik leleh disajikan dalam Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Interpretasi titik leleh senyawa dihidropirimidinon

No	Suhu	Titik leleh
1.	40°C	207°C
2.	50°C	207°C
3.	60°C	207°C

4.1.3.2 Analisis senyawa dihidropirimidinon dengan FT-IR

Uji IR berfungsi untuk menentukan gugus fungsi dari senyawa hasil sintesis. Berdasarkan uji IR yang dilakukan, didapatkan puncak yang muncul pada bilangan gelombang seperti berikut:

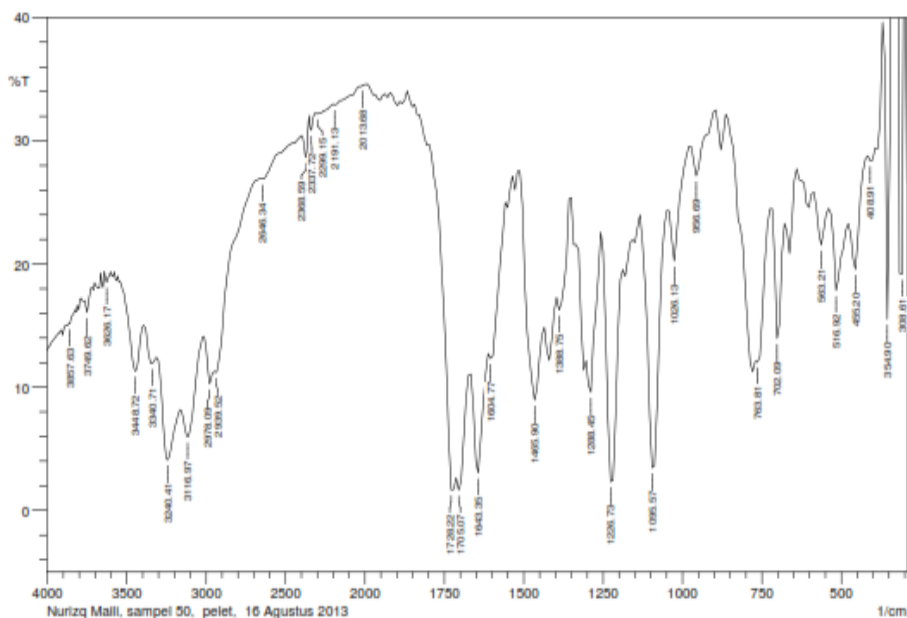


Gambar 4.4 Spektrum IR dihidropirimidinon pada suhu 40°C.

Hasil interpretasi data spektrum IR senyawa dihidropirimidinon pada suhu 40°C disajikan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Interpretasi spektrum IR dihidropirimidinon pada suhu 40°C

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang
N-H (sekunder)	3240,41 cm^{-1}
C-H (alifatik)	2978,09 cm^{-1}
C=O (karbonil)	1720,50 cm^{-1}
C=C (alkena)	1643,35 cm^{-1}
C=C (aromatik)	1604,77 cm^{-1}
CH ₂	1481,33 cm^{-1}
CH ₃	1381,03 cm^{-1}
C-O (ester)	1226,73 cm^{-1}



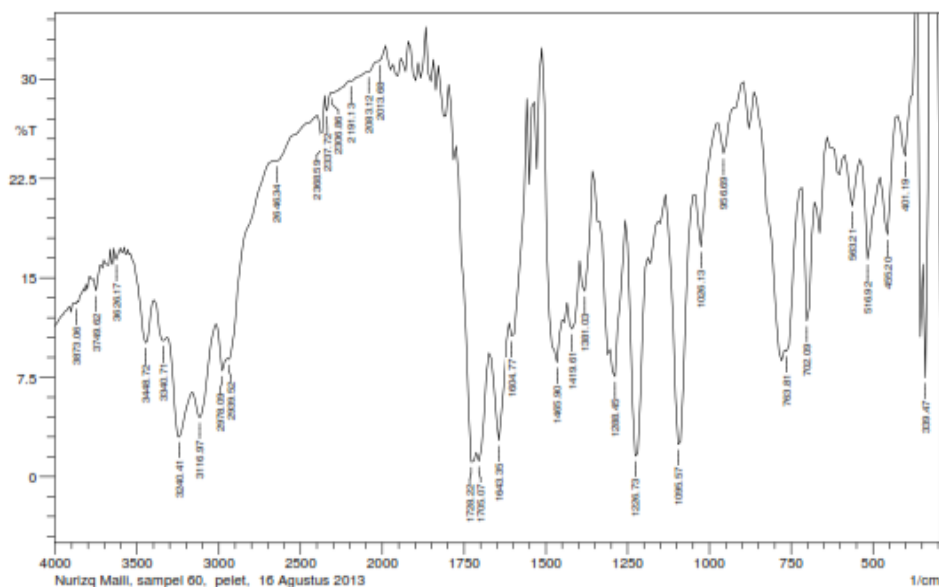
Gambar 4.5 Spektrum IR dihidropirimidinon pada suhu 50°C.

Hasil interpretasi data spektrum IR senyawa dihidropirimidinon pada suhu 50°C disajikan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Interpretasi spektrum IR dihidropirimidinon suhu 50°C

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang
N-H (sekunder)	3240,41 cm^{-1}
C-H (alifatik)	2978,09 cm^{-1}
C=O (karbonil)	1728,22 cm^{-1}
C=C (alkena)	1643,35 cm^{-1}

C=C (aromatik)	1604,77 cm ⁻¹
CH ₂	1465,90 cm ⁻¹
CH ₃	1388,75 cm ⁻¹
C-O (ester)	1226,73 cm ⁻¹



Gambar 4.6 Spektrum IR dihidropirimidinon pada suhu 60°C

Hasil interpretasi data spektrum IR senyawa dihidropirimidinon pada suhu 60°C disajikan pada Tabel 4.8.

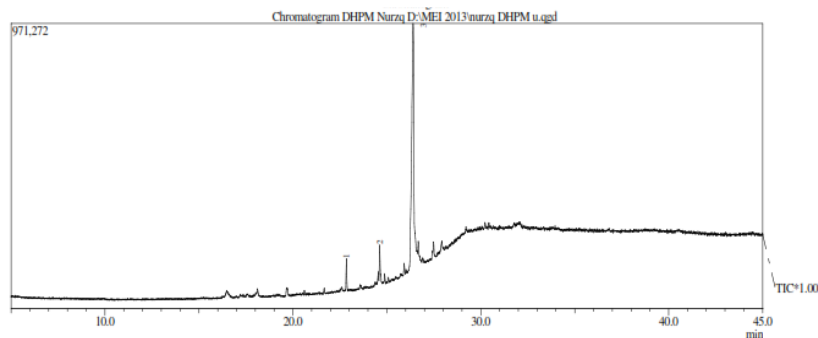
Tabel 4.8 Interpretasi spektrum IR dihidropirimidinon suhu 60°C

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang
N-H (sekunder)	3240,41 cm ⁻¹
C- H (alifatik)	2978,09 cm ⁻¹
C=O (karbonil)	1728,22 cm ⁻¹
C=C (alkena)	1643,35 cm ⁻¹
C=C (aromatik)	1604,77 cm ⁻¹
CH ₂	1465,90 cm ⁻¹
CH ₃	1381,03 cm ⁻¹
C-O (ester)	1226,73 cm ⁻¹

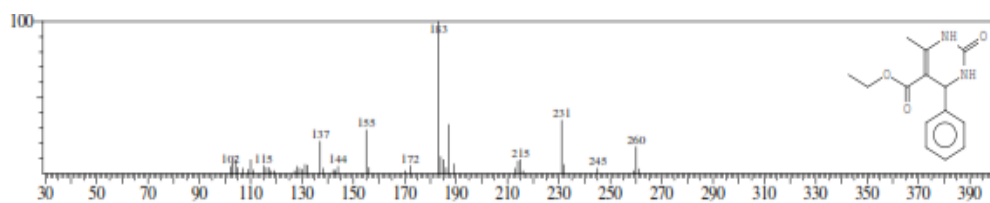
4.1.3.2 Analisa GC-MS senyawa hasil sintesis dihidropirimidinon

Berdasarkan hasil GC-MS dapat diketahui bahwa senyawa yang diinginkan muncul pada puncak yang ke-3 dan pada waktu retensi 26,4 menit

dengan ion molekul dengan m/z 260. Hasil kromatogram GC-MS disajikan dalam Gambar 4.7 dan Gambar 4.8.



Gambar 4.7 Kromatogram GC-MS senyawa hasil sintesis Dihidropirimidinon



Gambar 4.8 Masspeak GC-MS senyawa hasil sintesis dihidropirimidinon

4.1.3.4 Analisis senyawa dihidropirimidinon dengan uji aktivitas

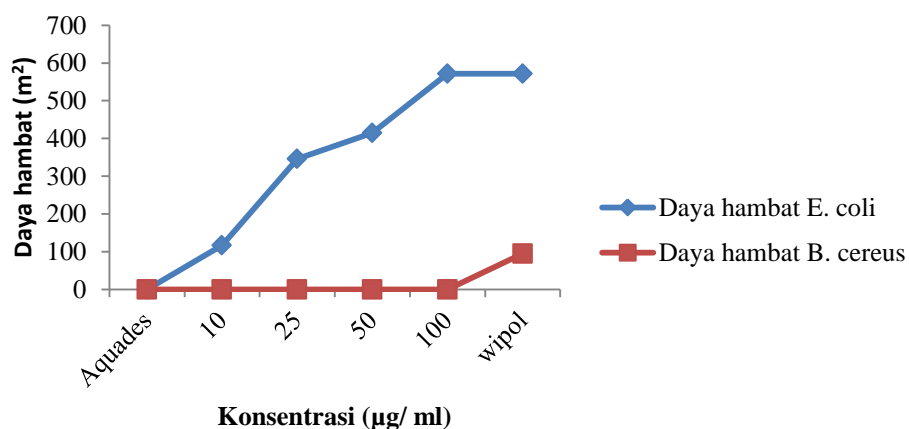
antimikroba

Uji antimikroba dilakukan dengan metode cakram. Senyawa dihidropirimidinon dibuat dalam konsentrasi yang berbeda, kemudian diujikan pada bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan bakteri Gram negatif (*Escherichia coli*). Pengaruh konsentrasi senyawa dihidropirimidinon terhadap daya hambat bakteri disajikan dalam Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Pengaruh konsentrasi senyawa dihidropirimidinon terhadap daya hambat bakteri.

No	Konsentrasi	Luas Zona Hambat (m ²)	
		<i>Bacillus cereus</i>	<i>Escheria coli</i>
1.	10 µg/mL	0	177
2.	25 µg/mL	0	346
3.	50 µg/mL	0	415
4.	100 µg/mL	0	572
5.	Wipol (kontrol positif)	95	572
6.	Aquades (kontrol negatif)	0	0

Pengaruh besarnya konsentrasi senyawa dihidropirimidinon terhadap bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan Gram negatif (*Escheria coli*) disajikan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Pengaruh konsentrasi dihidropirimidinon terhadap daya hambat bakteri.

4.2 Pembahasan

4.2.1 Preparasi Katalis

4.2.1.1 Perlakuan awal zeolit alam

Tahap awal aktivasi zeolit alam yaitu mencuci zeolit alam sebanyak 300 gram dengan aquademin. Hal ini bertujuan agar tidak ada lagi pengotor yang akan tertinggal pada zeolit, selain itu pengotor-pengotor organik yang terdapat pada zeolit dapat terbawa dan larut oleh perlakuan dengan penambahan aquademin karena sifatnya yang polar.

Zeolit alam direndam dengan aquademin dengan jumlah yang cukup banyak agar memudahkan pengotor-pengotor pada zeolit larut dengan aquademin. Pengadukan diperlukan pada tahap pembersihan, hal ini akan mempercepat pengotor-pengotor untuk terbawa oleh aquademin, dengan adanya pengadukan bertujuan untuk memperluas permukaan dan menghilangkan pengotor.

Setelah proses pencucian selesai, kemudian dikeringkan. Zeolit alam yang telah kering berwarna lebih putih. Hal ini disebabkan oleh hilangnya pengotor organik yang telah larut bersama aquademin ketika proses pencucian.

4.2.1.2 Aktivasi Zeolit Alam Dengan Perlakuan HF, HCl dan NH₄Cl

Zeolit alam umumnya memiliki kristalinitas yang tidak terlalu tinggi, ukuran porinya yang sangat beragam, aktivitas kataliknya yang rendah, dan mengandung banyak pengotor (Handoko, 2006). Untuk meningkatkan kinerja dari zeolit alam maka perlu diaktivasi. Zeolit alam yang telah kering selanjutnya diaktivasi dengan perendaman HF 1%, ini bertujuan untuk menghilangkan

pengotor-pengotor dalam zeolit yang belum hilang saat pencucian dengan aquademin serta menghilangkan Si di luar kerangka zeolit.

Tahap selanjutnya yaitu merefluks zeolit alam dengan larutan HCl 6M. penambahan HCl ini bertujuan untuk dealuminasi zeolit, hal ini ditunjukkan larutan HCl yang awalnya jernih berubah menjadi kehijauan. Dealuminasi yaitu pengurangan kandungan aluminium dari dalam kerangka zeolit. Menurut Yuanita (2010), perendaman dengan HCl 6M dapat melarutkan pengotor baik organik maupun anorganik yang bersifat menutupi pori, sehingga pori-pori zeolit menjadi terbuka dan permukaannya semakin luas. Berkurangnya kandungan aluminium dalam kerangka zeolit, berarti menaikkan rasio Si/Al dalam kerangka zeolit sehingga meningkatkan keasaman, stabilitas termal, dan selektivitas dari zeolit (Handoko, 2002).

Proses perendaman dengan HCl membuat zeolit bersifat asam dan mengandung ion Cl^- , ion Cl^- akan keluar bersama dengan aluminium membentuk AlCl_3 . Sisa-sisa ion Cl^- yang masih terdapat dalam zeolit harus dinetralkan dengan pencucian aquademin. Pencucian ini sangat lama kira-kira 1 minggu dan dengan pengadukan yang stabil hal ini agar ion Cl^- yang telah meresap ke dalam zeolit alam dapat lepas kembali dengan pencucian. Filtrat bekas pencucian zeolit yang telah direfluks menggunakan HCl 6M diuji dengan menggunakan larutan AgNO_3 untuk mengetahui apakah ion Cl^- sudah hilang atau belum, dengan cara filtratnya ditetesi AgNO_3 . Apabila terbentuk endapan putih (AgCl) maka ion Cl^- belum hilang dari zeolit alam tersebut, sedangkan jika tidak terbentuk endapan putih maka ion Cl^- sudah hilang dari zeolit alam.

Pada proses aktivasi menggunakan HCl 6M, HCl sebelum dilarutkan dalam zeolit alam berwarna jernih, sedangkan warna zeolit alam berwarna putih keruh. Ketika HCl dilarutkan pada zeolit alam, HCl akan mengalami perubahan warna menjadi kuning. Warna kuning yang terjadi pada HCl merupakan tanda bahwa pengotor telah terikat dengan HCl.

Zeolit alam kemudian direndam dengan NH_4Cl 1M, penambahan NH_4Cl sama fungsinya dengan penambahan HCl yaitu bertujuan untuk memperluas permukaan, memperbesar pori, serta menghilangkan pengotor. Zeolit alam harus bebas dari ion Cl^- , karena ion Cl^- dapat mengganggu kerja dari zeolit alam yang akan digunakan untuk katalis.

Aktivasi zeolit alam menggunakan NH_4Cl juga bertujuan untuk menggantikan kation-kation penyeimbang dalam zeolit seperti Na^+ , Ca^{2+} dan NH_4^+ . Garam ammonium NH_4Cl digunakan sebagai penukar kation karena NH_4Cl dapat terionisasi dengan mudah menjadi NH_4^+ dan bertukar ion dengan Na^+ dan Ca^{2+} membentuk NH_4 -Zeolit. Pemanasan dengan suhu 90°C yang dilakukan pada tahap ini, bertujuan menghilangkan ion Cl^- yang tidak hilang ketika pencucian, selain itu akan membentuk H-ZA, karena ion NH_4^+ yang terkandung di dalam zeolit, berubah menjadi gas ammonia yang menguap.

Warna H-ZA setelah diaktivasi menggunakan asam dan garam menjadi putih bersih, hal ini menunjukkan bahwa pengotor-pengotor yang ada pada zeolit alam telah hilang.

4.2.1.3 Penentuan kristalinitas zeolit alam

Penentuan kristalinitas zeolit dilakukan dengan XRD. Tabel 4.1 menunjukkan jenis mineral penyusun sampel yang ditunjukkan oleh daerah munculnya puncak (2θ). Spektra hasil analisis difraksi sinar X dicocokkan dengan data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards*, sehingga jenis mineral yang terkandung dalam zeolit alam dapat diketahui.

Spektra difraksi sinar X hasil analisis menghasilkan beberapa puncak. Hasil yang diperoleh menunjukkan 3 puncak yang tajam di antara puncak-puncak yang lain. Ketiganya muncul pada daerah 2θ : $28,000^{\circ}$; 2θ : $25,9507^{\circ}$; 2θ : $22,5913^{\circ}$. Puncak tajam pada 2θ : $28,0000^{\circ}$ menunjukkan adanya mineral Kuarsa (JCPDS, kode: 87-2096), pada 2θ : $25,9507^{\circ}$ menunjukkan adanya mineral modernit (JCPDS, kode: 49-0924), sedangkan pada 2θ : $22,5913^{\circ}$ menunjukkan adanya mineral calsite (JCPDS, kode: 55-0158).

Pada zeolit alam teraktivasi diperoleh 3 puncak yang tajam di antara puncak-puncak lainnya yakni berada pada daerah 2θ : $22,3337^{\circ}$; 2θ : $25,7382^{\circ}$; 2θ : $27,7964^{\circ}$. Puncak tajam pada 2θ : $22,3337^{\circ}$ menunjukkan adanya mineral calsite (JCPDS, kode: 55-0158), pada 2θ : $25,7382^{\circ}$ menunjukkan adanya mineral mordenit (JCPDS, kode: 49-0924), sedangkan pada 2θ : $27,7964^{\circ}$ menunjukkan adanya mineral kuarsa (JCPDS, kode:87-2096).

Setelah diaktivasi dengan perlakuan HF, HCl dan NH_4Cl , zeolit tidak mengalami perubahan struktur pada gugus $-\text{Si}-\text{OH}$. Hal ini ditunjukkan dengan peningkatan *d-spacing* yang relatif kecil pada mineral kuarsa dari $d(\text{A})= 3,18$ ($2\theta=28,0000$) meningkat menjadi $d(\text{A})=3,20$ ($2\theta=27,7964$), sedangkan pada

mineral mordenit dari $d(A) = 3,43$ ($2\theta = 25,9507$) menjadi $d(A) = 3,45$ ($2\theta = 25,7382$) dan calsite $d(A) = 3,93$ ($2\theta = 22,5913$) menjadi $d(A) = 3,97$ ($2\theta = 22,3337$). Perubahan harga $d(A)$ pada mordenit dan calsite terjadi karena pengotor-pengotor yang terdapat dalam kerangka zeolit, keluar menjadi struktur luar kerangka akibat adanya penambahan asam.

4.2.1.4 Penentuan luas permukaan katalis zeolit alam

Pengukuran luas permukaan zeolit alam, dilakukan dengan metode yang dikembangkan oleh Bruner, Emmet, dan Teller (BET). Metode BET ini didasarkan atas fenomena adsorpsi gas lapis tunggal yang berlangsung pada temperatur tetap. Aktivasi zeolit alam diharapkan dapat memperluas permukaan zeolit, sehingga akan mempercepat terjadinya reaksi. Zeolit alam yang sudah diaktivasi memiliki luas permukaan sebesar $33,423 \text{ m}^2/\text{g}$, sedangkan zeolit alam yang belum diaktivasi memiliki luas permukaan sebesar $28,182 \text{ m}^2/\text{g}$. Hal ini membuktikan bahwa terjadinya peningkatan luas permukaan zeolit alam sesudah diaktivasi.

4.2.2 Identifikasi Senyawa Dihidropirimidinon

Sintesis senyawa dihidropirimidinon melalui reaksi siklokondensasi Biginelli ini dengan mereaksikan etil asetoasetat (2,6 g, 20 mmol), benzaldehid (2,12 g, 20 mmol), urea (1,2 g, 20 mmol) dan zeolit (0,592 g).

Etil asetoasetat, benzaldehid, urea dan zeolit dimasukkan dalam erlenmeyer, dipanaskan dan diaduk dengan pengaduk magnetik pada suhu masing-masing (40, 50, dan 60°C) selama 15-30 menit sampai memadat. Campuran reaksi yang telah memadat lalu ditambah etanol 8 mL dan aduk dengan

pengaduk magnetik sambil dipanaskan pada suhu 70-80°C selama 10 menit. Fungsi penambahan etanol adalah untuk melarutkan zeolit. Pemanasan dengan suhu 80°C bertujuan untuk mempermudah pelarutan senyawa dihidropirimidinon. Saring filtratnya dan dinginkan dalam lemari pendingin selama 1 hari sampai terbentuk kristal berwarna kuning. Kristal kemudian direkristalisasi dengan etanol, saring dan masukkan kembali dalam lemari pendingin. Sehingga didapatkan kristal dihidropirimidinon yang telah murni, warna kristal yang telah murni akan menjadi putih.

Rekristalisasi yaitu suatu proses yang digunakan untuk memisahkan suatu padatan dari padatan lainnya. Metode rekristalisasi dilakukan untuk meningkatkan kualitas suatu bahan atau zat. Pada prinsipnya zat yang akan dimurnikan dilarutkan dalam suatu pelarut kemudian dipanaskan dan diuapkan kembali (Aliatusyam, 2003).

Kenaikan suhu reaksi pada sintesis senyawa dihidropirimidinon akan meningkatkan energi molekul untuk saling bertumbukan, sehingga jumlah molekul yang memiliki energi yang cukup untuk melangsungkan reaksi juga semakin banyak, dan peluang terjadinya reaksi semakin besar dan cepat. Campuran reaksi diaduk dengan pengaduk magnetik agar frekuensi tumbukan antar molekul bertambah sehingga energi kinetik molekul meningkat dan kecepatan reaksi juga akan meningkat. Hal ini dibuktikan dengan campuran reaksi yang lebih cepat memadat pada suhu 50 dan 60°C, dibandingkan dengan campuran reaksi pada suhu 40°C. Namun peningkatan suhu tersebut tidak menjadikan rendemen senyawa hasil bertambah. Hal ini dimungkinkan karena

situs-situs aktif yang terdapat pada permukaan zeolit telah rusak akibat dari peningkatan suhu tersebut sehingga katalis hanya dapat bekerja secara maksimal pada suhu 40°C. Rendemen terbanyak yaitu pada suhu 40°C sebesar 45,37%.

Sintesis senyawa dihidropirimidinon menggunakan katalis zeolit alam tanpa pelarut, memiliki waktu reaksi yang lebih cepat dan suhu reaksi yang lebih rendah dibandingkan dengan sintesis senyawa dihidropirimidinon tanpa pelarut yang memakai katalis lainnya seperti jus nanas ataupun dengan katalis SnCl₄.

Berdasarkan penelitian Patil *et al.*, (2011) sintesis senyawa dihidropirimidinon yang memakai katalis jus nanas memerlukan waktu reaksi selama 3,5 jam. Metode yang dipakai adalah dengan distirrer pada suhu kamar dan tanpa menggunakan pelarut. Rendemen yang didapatkan sekitar 82%. Sedangkan Rameshwar *et al.*, (2008) melakukan penelitian menggunakan katalis SnCl₄ dengan kondisi tanpa pelarut, memerlukan waktu reaksi selama 30-90 menit dengan suhu 110°C. Rendemen yang dihasilkan sebanyak 81-91%.

4.2.3 Karakterisasi senyawa dihidropirimidinon

4.2.3.1 Analisis hasil senyawa dihidropirimidinon dengan uji titik leleh

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat diketahui semua senyawa hasil sintesis mulai meleleh pada suhu 207°C. Beberapa referensi menyebutkan bahwa senyawa dihidropirimidinon memiliki titik leleh pada suhu antara 203-205°C. Hal ini berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan yaitu sebesar 207°C, ini dimungkinkan terjadi karena beberapa hal seperti kondisi reaksi yang berbeda, suhu dan tekanan yang berbeda, kondisi alat yang berbeda ataupun karena masih

terdapat pengotor pada senyawa tersebut sehingga titik leleh yang dihasilkan tidak sesuai.

4.2.3.2 Analisis hasil senyawa dihidropirimidinon dengan uji FT-IR

Analisis dengan spektrofotometer inframerah berfungsi untuk mengetahui struktur senyawa hasil sintesis. Gugus fungsi untuk bilangan gelombang spektrum inframerah pada suhu 40, 50 dan 60°C dijelaskan dalam Tabel 4.6, 4.7 dan 4.8. Diketahui bahwa puncak bilangan gelombang untuk masing-masing serapan pada ketiga variasi suhu tersebut, memiliki nilai yang hampir sama. Berdasarkan puncak-puncak serapan utama yang muncul, dapat diperkirakan bahwa hasil reaksi tersebut adalah dihidropirimidinon.

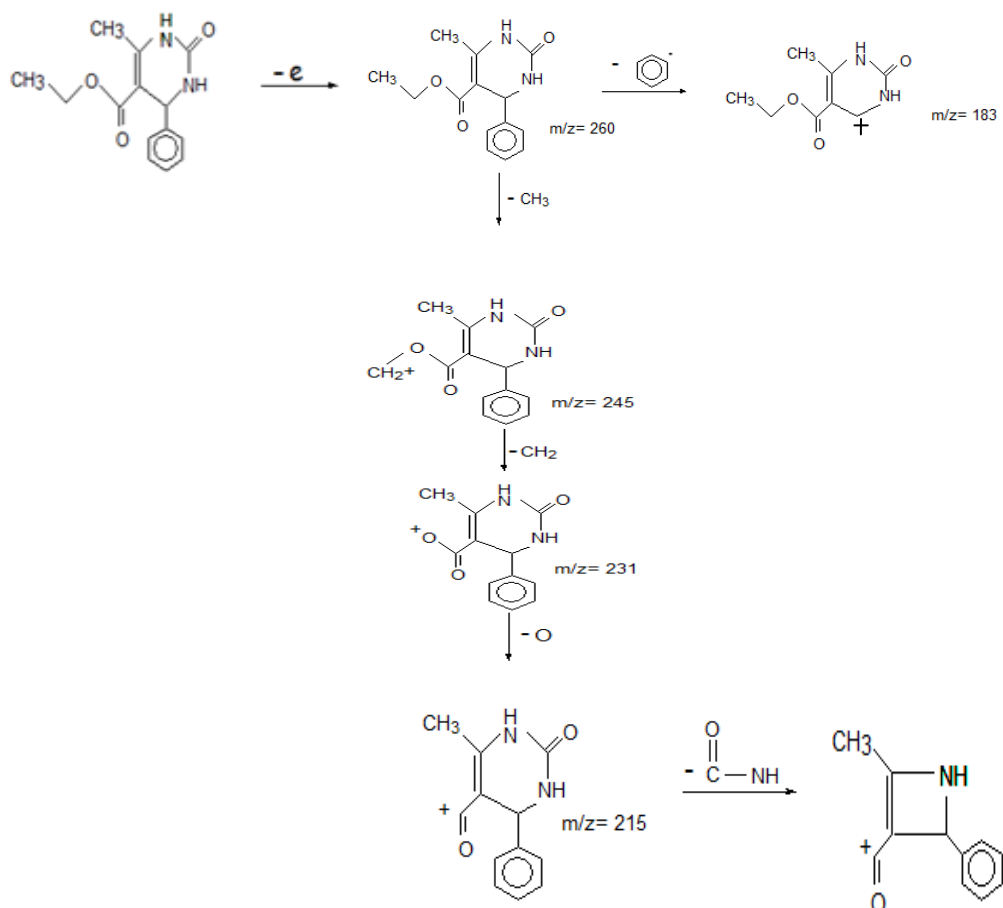
4.2.3.3 Analisis hasil senyawa dihidropirimidinon dengan uji GC-MS

Gas Chromatography-Mass spectrometer (GC-MS) merupakan gabungan dari kromatografi gas dan spektrometer massa. Secara umum dasar analisis spektrometer massa adalah menembak bahan yang dianalisis dengan berkas elektron dan secara kuantitatif mencatat hasilnya sebagai massa spektrum fragmen ion positif.

Berdasarkan analisis dari GC-MS dapat diketahui kadar senyawa dihidropirimidinon yang dihasilkan sebesar 91,56%, dengan waktu retensi 26,401 menit.

Analisis dengan GC-MS bertujuan mengetahui senyawa hasil reaksi siklokondensasi Biginelli dari etil asetoasetat, benzaldehid, dan urea menggunakan katalis zeolit alam. Berdasarkan hasil kromatogram GC-MS dan

spektrum massa senyawa hasil reaksi, dapat diperkirakan fragmentasi molekulnya seperti Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Fragmentasi molekul senyawa hasil sintesis

Senyawa dihidropirimidinon mempunyai massa molekul m/z 260. Pada senyawa dihidropirimidinon dengan massa molekul 260 terjadi 2 pelepasan, yang pertama adalah lepasnya gugus benzil ditandai dengan munculnya pecahan 183 dan pelepasan CH_3 ditandai dengan pecahan 245.

Ion molekul pada m/z 245 melepaskan CH_2 membentuk pecahan dengan m/z 231. Pecahan dengan m/z 231 melepaskan O dan menghasilkan pecahan m/z

215. Pecahan m/z 215 kemudian melepaskan CO-NH menghasilkan pecahan m/z 172.

4.2.3.4 Analisis hasil senyawa dihidropirimidinon dengan uji aktivitas antimikroba

Pengujian aktivitas antibakteri dilakukan dengan cara kualitatif. Senyawa hasil sintesis diujikan pada bakteri Gram positif (*Bacillus cereus*) dan Gram negatif (*Escherichia coli*). Senyawa dihidropirimidinon hasil sintesis, dilarutkan dalam aquades sehingga didapatkan senyawa dengan konsentrasi 10, 25, 50 dan 100 µg/mL. Metode pengujian menggunakan kertas cakram yang dicelupkan dalam larutan dihidropirimidinon dengan konsentrasi 10, 25, 50 dan 100 µg/mL selama 1 jam. Kertas cakram hasil pencelupan, kemudian dikeringkan terlebih dahulu dan diletakkan pada medium agar yang telah berisi biakkan bakteri. Hasil yang didapat kemudian dibandingkan dengan wipol sebagai kontrol positif dan aquades sebagai kontrol negatif. Berdasarkan penelitian menunjukkan bahwa pada bakteri *Escherichia coli* lebih peka terhadap senyawa dihidropirimidinon daripada *Bacillus cereus*. Hal ini berkaitan dengan dinding sel bakteri gram negatif yang lebih tipis dari pada bakteri gram positif. Bakteri *Escherichia coli*, memberikan hasil positif terhadap senyawa dihidropirimidinon, untuk konsentrasi dihidropirimidinon sebesar 10, 25, 50 dan 100 µg/mL menghasilkan daya hambat sebesar 177, 346, 415 dan 572 m². Semakin tinggi konsentrasi senyawa dihidropirimidinon maka daya hambat bakteri semakin besar. Pada bakteri *Bacillus cereus*, besarnya konsentrasi senyawa dihidropirimidinon tidak berpengaruh terhadap daya hambat bakteri.

BAB 5

PENUTUP

5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Adanya perlakuan penambahan asam, membuat kristalinitas zeolit bertambah baik dan memperluas permukaan zeolit alam sebesar 5,214 m²/g, sehingga memperbesar aktivitas katalitiknya.
2. Suhu optimal sintesis senyawa dihidropirimidinon adalah 40°C. Peningkatan suhu lebih lanjut tidak meningkatkan rendemen.
3. Senyawa dihidropirimidinon dapat menghambat pertumbuhan bakteri gram negatif, hal ini dibuktikan dengan adanya zona bening yang muncul pada bakteri *Escherichia coli*. Semakin tinggi konsentrasi senyawa dihidropirimidinon, maka daya hambat terhadap bakteri *Escherichia coli* semakin besar.

5.2 Saran

Perlu adanya penelitian yang lebih lanjut mengenai sintesis antimikroba dihidropirimidinon melalui reaksi siklokondensasi biginelli menggunakan katalis heterogen lainnya, serta penggunaan variasi yang berbeda agar didapatkan senyawa dihidropirimidinon yang lebih maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

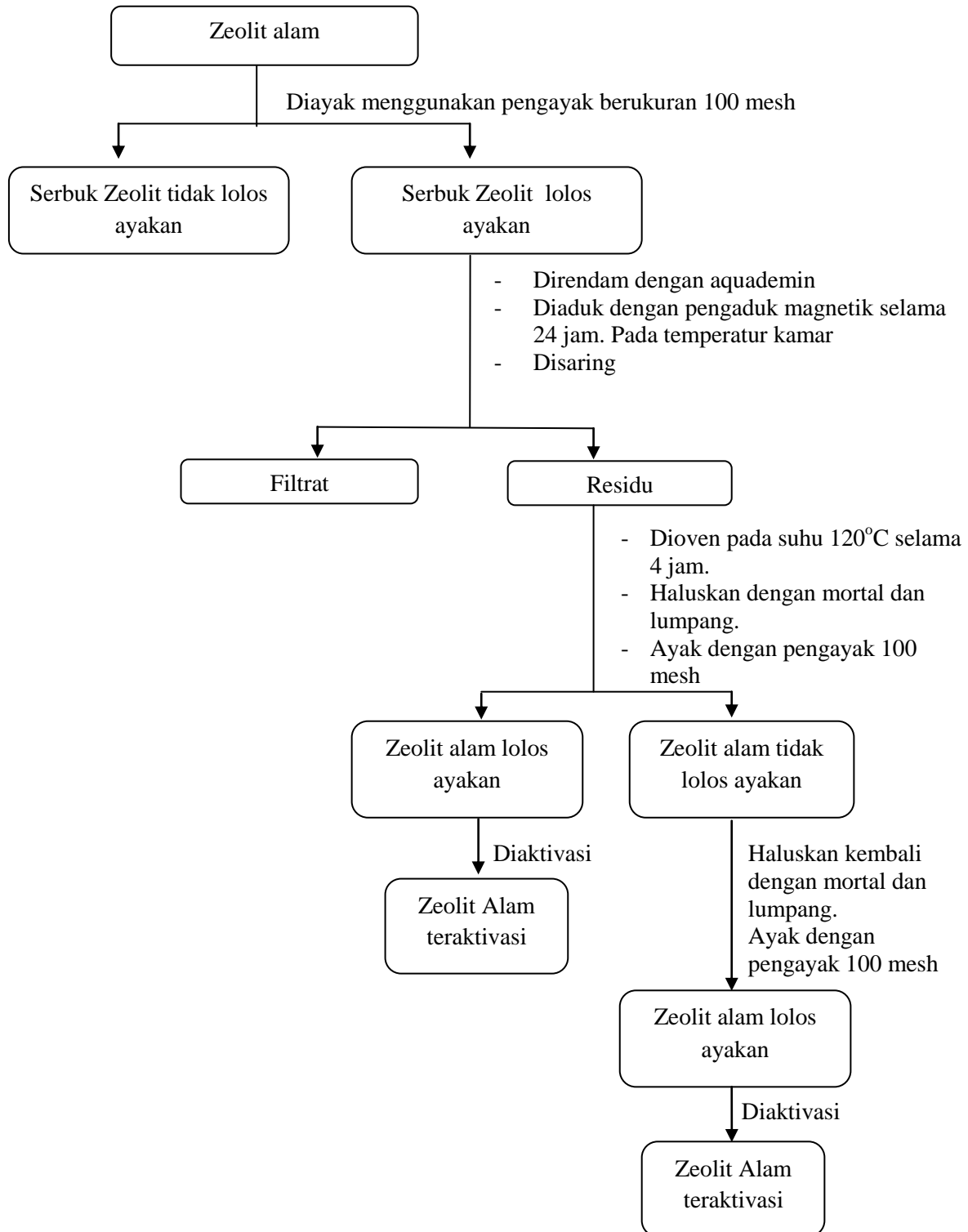
- Aliatusyam, L. 2003. *Peningkatan Kemurnian Natrium Klorida Dengan Menggunakan Bahan Pengikat Impurities Pada Pemurnian Garam Dapur Melalui Metode Rekrystalisasi*. Skripsi. Semarang: UNNES
- Amini, M. M., A. Shaabani and A. Bazgir. 2006. Tungstophosphoric Acid ($H_3PW_{12}O_{40}$): An efficient Eco-friendly Catalyst for the One-pot Synthesis of Dihydropyrimidin-2-(1H)-ones. *Catalysis Communications* **7**: 843-847.
- Anam, Khairul. 2012. Pengembangan Obat Antiinfeksi Dari Tumbuhan Indonesia. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*
- Atwal, K. S., Swanson, B. N., Unger, S. E., Floyd, D. M. Moreland, S. Hedberg A., and O'Reilly, B. C. 1991. 3-Carbamoyl-4-aryl-1,2,3,4-tetrahydro-6-methyl-5 pyrimidinecarboxylic Acid Esters as Orally Effective Antihypertensive Agents. *J. Med. Chem.* **34**: 806.
- Bose, D.S., M. Sudharshan, and S. W. Chavhan. 2005. New Protocol for Biginelli Reaction- A Practical Synthesis of Monastrol. *Arkivoc* **iii**: 228-236.
- Dallinger, D. and C. O. Kappe. 2005. Creating Chemical Diversity Space by Scaffold Decoration of dihydropyrimidines. *Pure and Applied Chemistry*. **76** (5): 1017-1024
- Digwijaya, Albertus. 2006. *Uji Daya Antimikroba Ekstrak Herba Sambiloto (Andrographis Panniculata, Nees)*. Skripsi. Semarang: UNNES
- Fatimah, Is. 2002. Optimasi Laju Alir Gas H_2 dan Perbandingan Berat Laju Katalis Terhadap Umpan serta Kajian Kinetika Pada Hydrocracking Isopropil Benzena Menggunakan Katalis Ni/ Zeolit Y. *LOGIKA* **VII** (8): 40-51
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Penang: Universiti Teknologi Malaysia.
- Handoko, D. 2002. Pengaruh Perlakuan Asam, Hidrotermal, dan Impregnasi Logam Kromium Pada Zeolit Alam Dalam Preparasi Katalis. *Jurnal ILMU DASAR* **3**(2): 103-109.
- Handoko, D. 2006. Mekanisme Reaksi Konversi Katalitik Jelantah Menjadi Senyawa Fraksi Bahan Bakar Cair dengan Katalis Ni/H₅-NZA dan Reaktor *Flow Fixed-Bed*. *Jurnal ILMU DASAR* **7** (1) : 42-51

- Kappe, C. O. 1993. 100 Years of The Biginelli Dihydropyrimidine Synthesis. *Tetrahedron* **49**: 6937
- Kappe, C. O. 2000. Recent Advances in the Biginelli Dihydropyrimidine Synthesis New Tricks From an Old Dog. *Acc. Chem. Res* **33**: 879
- Mayer, T. U., Kapoor, T. M., Haggarty, S. J., King, R. W., Schreiber, S. I., and Mitchison, T. J. 1999. Small Molecule Inhibitor of Mitotic Spindle Bipolarity Identified in a PhenotypeBased Screen. *Journal Science*
- Patil, S., S. D. Jadhav, and S. Y. Mane. 2011. Pineapple Juice as a Natural Catalyst: An Excellent Catalyst for Biginelli Reaction. *International Journal of Organic Chemistry*. **I**: 125-131
- Prianto, Bayu. 2008. Katalis Heterogen dengan Mekanisme *Langmuir-Hinshelwood* sebagai Model Reaksi Elektrolisis NaCl. *Berita Dirgantara*. **9** :51-54
- Rameshwar, N., T. Parthasarathy., A. RamReddy. 2008. Tin (IV) catalyzed one-pot synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones under solvent free conditions. *Indian Journal Chemistry* **47 B**: 1871-1875
- Ritmaelani. 2006. Sintesis 4-fenil-3,4-tetrahydro-indeno [2,1]-pyrimidin-2-on (LR-1). *Majalah Farmasi Indonesia* **17**(3): 149-155
- Salehi, H., S. Kakaei., S.J. Ahmadi., M. A. F. Zareh., S.M. S. Kiai., H. R. Pakoyan and T. Ahmadi. 2010. Green procedure for synthesis of 3,4-dihydropyrimidinones using 12-molybdophosphoric acid, as a catalyst and solvent free condition under microwave irradiation. *Journal of Applied Chemical Research Archive of SID* **4** (14): 5-10
- Saputra, Rodhie. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. Yogyakarta: Liberty
- Suparsono. 2011. *Memahami Antibiotika Bagi Kehidupan Manusia*. Semarang: UNNES Press
- Suwandi, Usman. 1992. Resistensi Mikroba Terhadap Antibiotik. *Jurnal Cermin Dunia Kedokteran* **70**.
- Tanu, Ian. 2009. *Farmakologi dan Terapi Edisi 5*. Jakarta: Universitas Indonesia

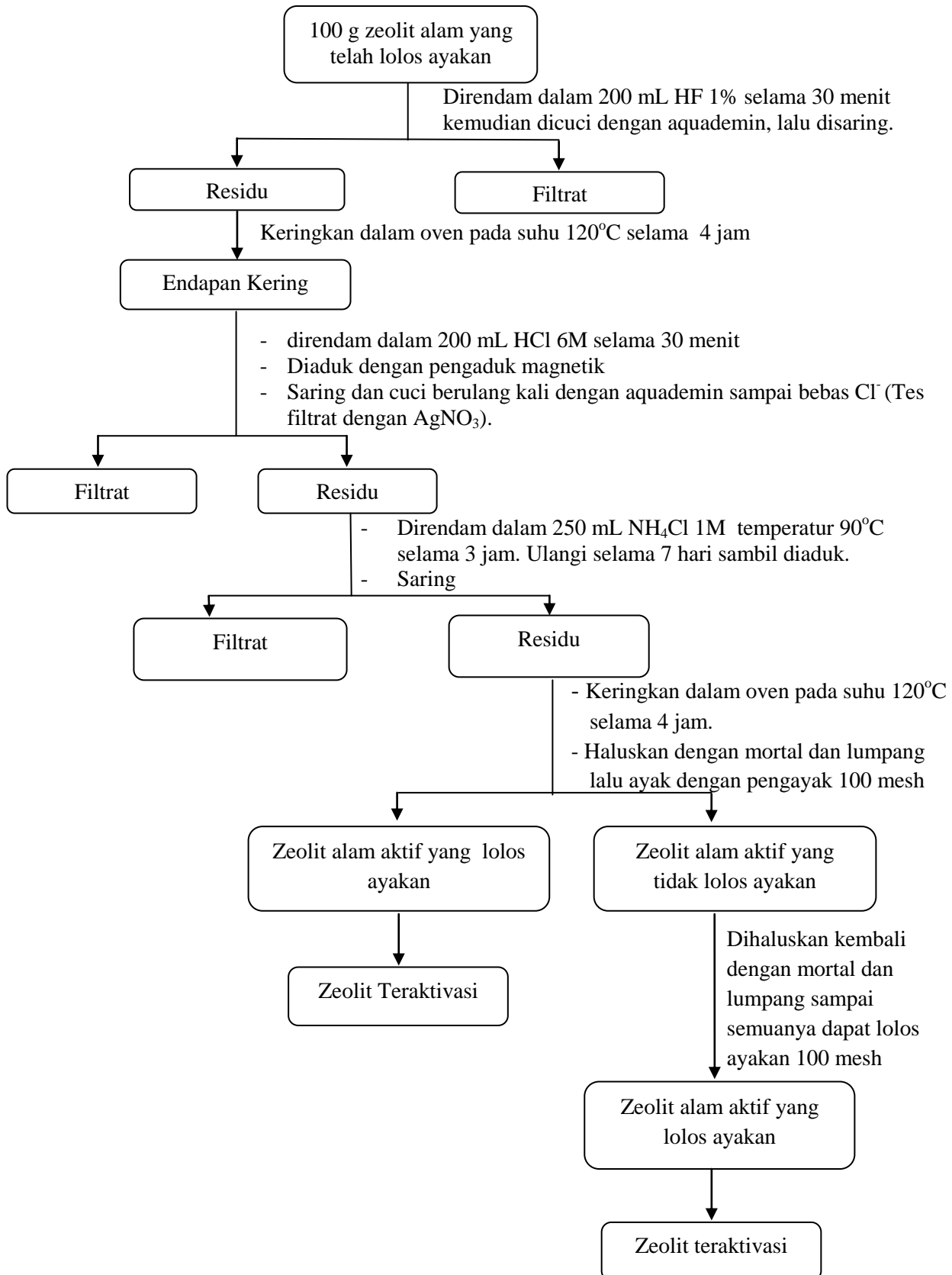
Utomo, M.Pranjoto, Endang Widjajanti Laksono.2007. Tinjauan Umum Tentang Deaktifasi Katalis pada Reaksi Katalisis Heterogen. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan, dan Penerapan MIPA*. FMIPA UNY.

Wardaningsih, Fransisca. 2008. *Uji Aktifitas Antibakteri α -Pinena Hasil Isolasi Minyak Terpentin Terhadap Bakteri Escherichia Coli, Bacillus Substilis BAC4 dan Bacillus Cereus*. Skripsi. Semarang: UNNES.

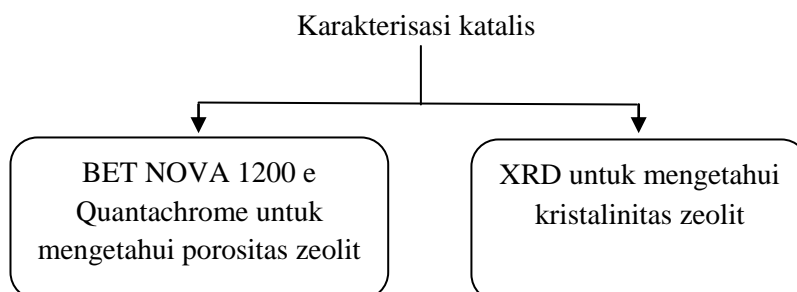
Yuanita, Dewi. 2010. *Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara*. Jurdik Kimia UNY.

LAMPIRAN 1**1. Preparasi Awal Katalis Zeolit alam**

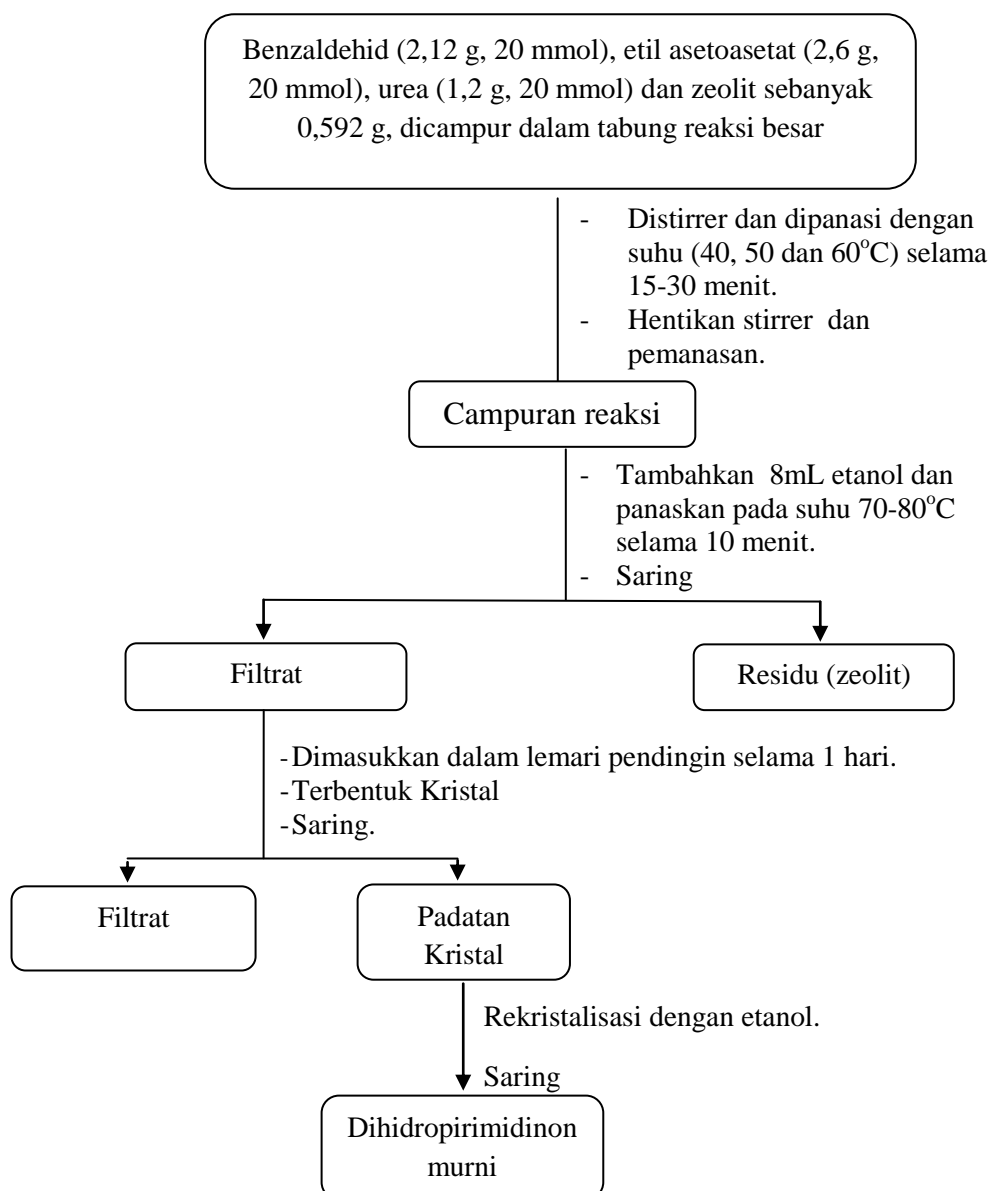
2. Aktivasi Zeolit Dengan Perlakuan HF, HCl, dan NH₄Cl



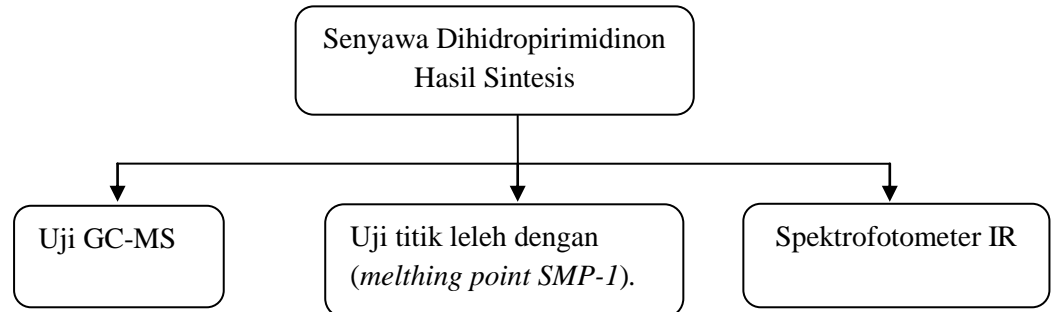
3. Karakterisasi Katalis ZA yang diperoleh



4. Pembuatan Senyawa Dihidropirimidinon Variasi Suhu Tanpa Pelarut

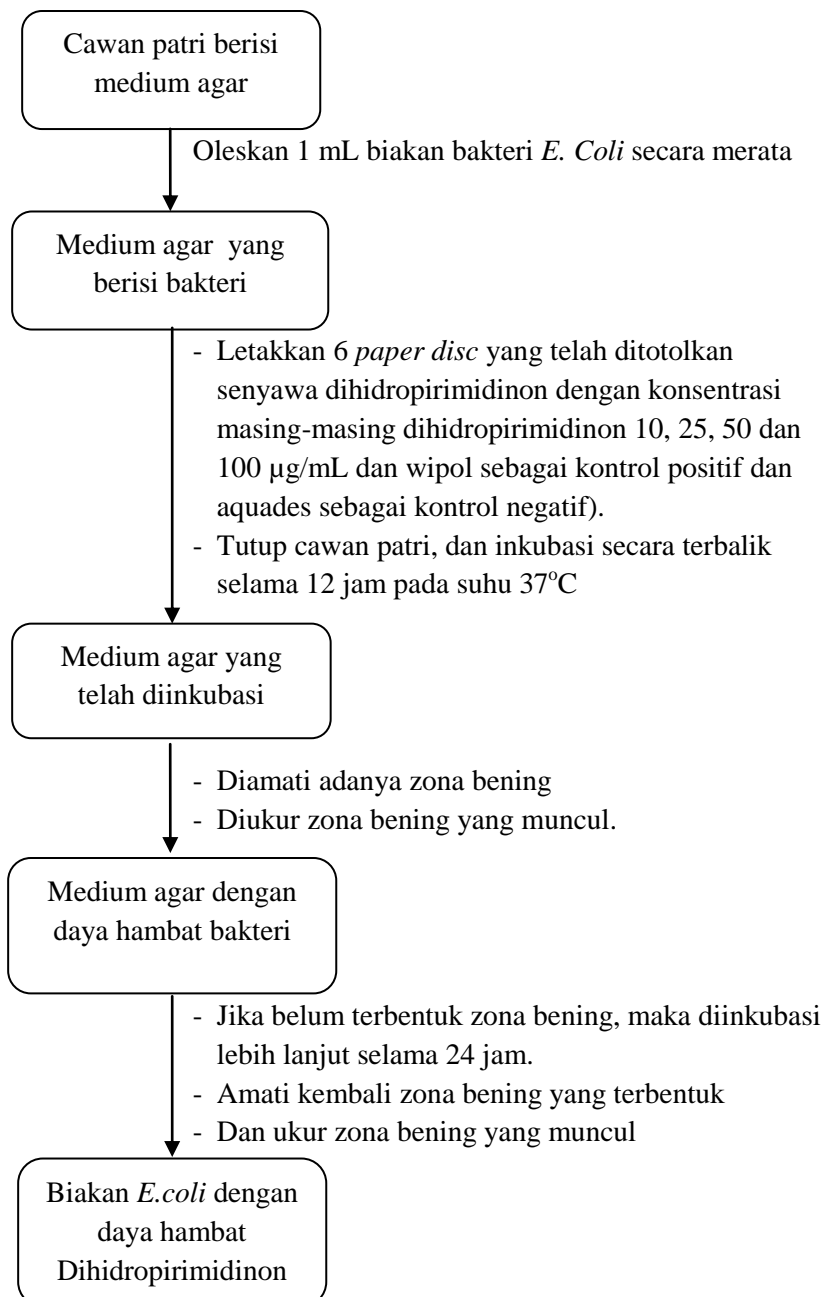


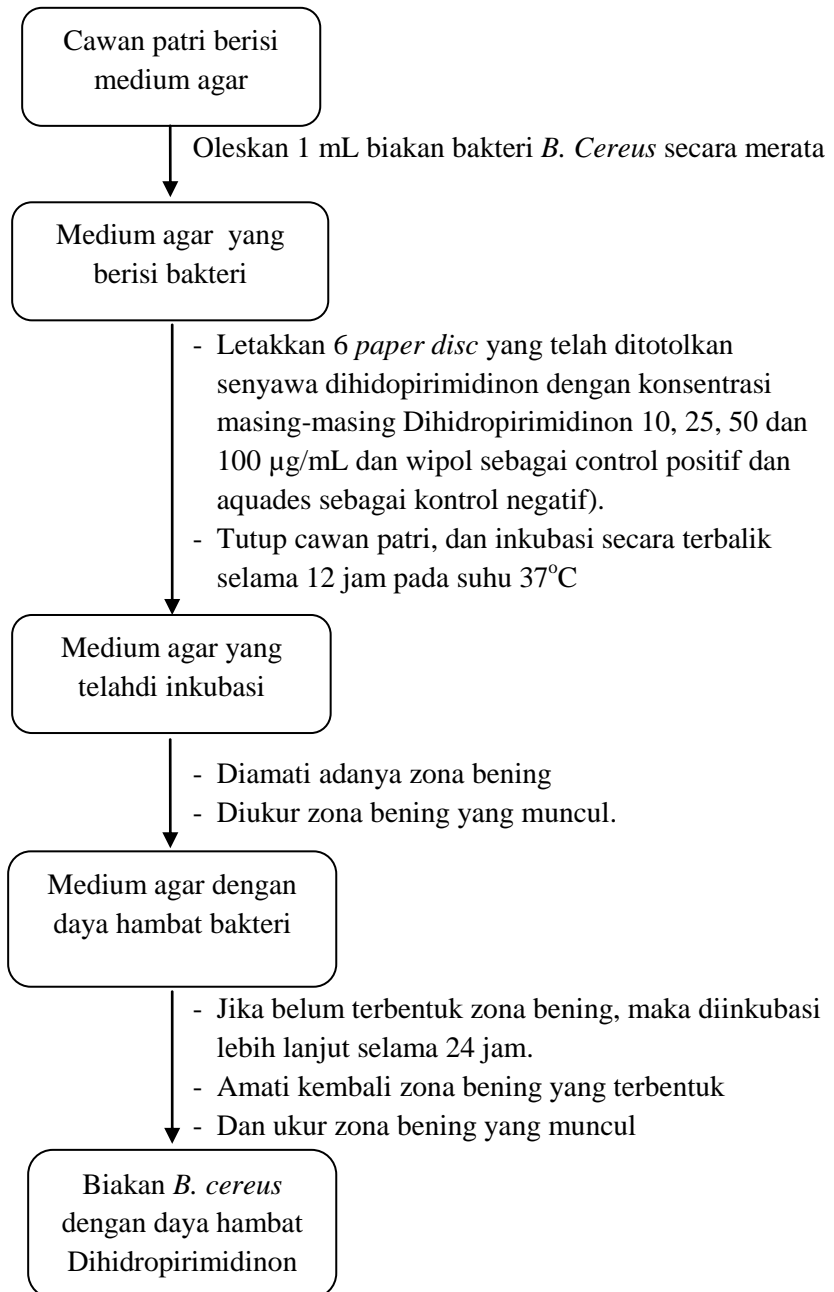
5. Karakterisasi Senyawa Dihidropirimidinon



6. Uji Aktivitas Antimikroba

a. Pada bakteri *Eschericia coli*



b. *Bacillus cereus*

LAMPIRAN 2

Pembuatan larutan:

- Pembuatan larutan HCl 6M

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 12 = 200 \cdot 6$$

$$V_1 = \frac{1200}{12}$$

$$V_1 = 100 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan NH_4Cl 1 M

$$M_r = 53,5$$

$$M = \frac{\text{gr}}{M_r} \times \frac{1000}{\text{Volume}}$$

$$1 = \frac{\text{gr}}{53,5} \times \frac{1000}{250}$$

$$1 = \frac{4 \times \text{gr}}{53,5}$$

$$\text{gr} = \frac{53,5}{4}$$

$$\text{gr} = 13,375$$

- Pembuatan larutan Dihidropirimidinon dengan konsentrasi masing-masing 10, 25, 50, dan 100 $\mu\text{g/mL}$.

1. 10 $\mu\text{g/mL}$

$$= \frac{10 \cdot 10^{-6} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= \frac{10 \cdot 10^{-6} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= \frac{10^{-5} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= 10^{-2} \text{ gram/L}$$

$$= 0,01 \text{ gram /L}$$

2. 25 $\mu\text{g/mL}$

$$= \frac{25 \cdot 10^{-6} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= \frac{25 \cdot 10^{-6} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= 2,5 \cdot \frac{10^{-2} \text{ gram}}{\text{L}}$$

$$= 0,025 \text{ gram /L}$$

3. 50 $\mu\text{g/mL}$

$$= \frac{50 \cdot 10^{-6} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= \frac{5 \cdot 10^{-5} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= 5 \cdot 10^{-2} \text{ gram /L}$$

$$= 0,05 \text{ gram/L}$$

4. 100 $\mu\text{g/mL}$

$$= \frac{100 \cdot 10^{-6} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= \frac{10^{-4} \text{ gram}}{10^{-3} \text{ L}}$$

$$= 10^{-1} \text{ gram/L}$$

$$= 0,1 \text{ gram /L}$$

Perhitungan rendemen pada masing-masing suhu:

$$\begin{aligned} 40^{\circ}\text{C} &= \frac{\text{Banyaknya zat hasil praktek}}{\text{Banyaknya zat hasil teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{2,686}{5,920} \times 100\% \\ &= 45,37\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 50^{\circ}\text{C} &= \frac{\text{Banyaknya zat hasil praktek}}{\text{Banyaknya zat hasil teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{2,210}{5,920} \times 100\% \\ &= 37,33\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 60^{\circ}\text{C} &= \frac{\text{Banyaknya zat hasil praktek}}{\text{Banyaknya zat hasil teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{1,833}{5,920} \times 100\% \\ &= 30,96\% \end{aligned}$$

LAMPIRAN 3

Dokumentasi

*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
 Data Name : Nurizq Mauli S
 File Name : Nurizq Mauli S.PKR
 Sample Name : Zeolit
 Comment : Zeolit

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	34	25.7382	3.45853	100	0.24980	589	8594
2	27	22.3337	3.97745	66	0.33750	390	6974
3	37	27.7964	3.20694	59	0.46280	349	8339

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	6.1600	14.33643	3	0.19000	20	430	
2	6.5480	13.48777	12	0.26400	69	1152	
3	8.7726	10.07183	17	0.42530	99	2340	
4	9.2800	9.52225	7	0.23420	39	628	
5	9.7941	9.02354	52	0.31050	304	4878	
6	10.1400	8.71649	6	0.16580	36	446	
7	10.7238	8.24324	4	0.24770	21	291	
8	11.1682	7.91621	4	0.17640	22	200	
9	12.2125	7.24153	5	0.33500	32	701	
10	13.1200	6.74261	7	0.11340	41	373	
11	13.5222	6.54295	28	0.31300	165	2836	
12	13.9800	6.32970	9	0.18660	55	730	
13	14.4200	6.13754	4	0.30000	23	275	
14	14.6200	6.05402	3	0.28000	20	400	
15	15.3192	5.77924	14	0.25300	80	1281	
16	17.4000	5.09253	4	0.16000	26	392	
17	17.7620	4.98955	9	0.26000	53	945	
18	18.8662	4.69994	4	0.13250	23	190	
19	19.1325	4.63511	4	0.14500	22	175	
20	19.3600	4.58116	6	0.14580	35	359	
21	19.6877	4.50564	37	0.32670	218	3550	
22	20.1600	4.40113	20	0.28400	116	1834	
23	20.4600	4.33727	8	0.28000	46	633	
24	20.9144	4.24405	11	0.41780	67	1280	
25	21.3800	4.15267	4	0.33600	25	472	
26	22.0000	4.03702	14	0.23340	83	1305	
27	22.3337	3.97745	66	0.33750	390	6974	
28	23.2224	3.82721	32	0.31090	190	3381	
29	23.7366	3.74545	24	0.39330	142	2327	
30	24.0200	3.70190	16	0.24660	95	1064	
31	24.5530	3.62273	7	0.35400	44	685	
32	24.9800	3.56176	16	0.30280	96	2051	
33	25.3200	3.51470	14	0.00000	84	0	
34	25.7382	3.45853	100	0.24980	589	8594	
35	26.3800	3.37583	48	0.40660	285	5318	
36	26.6600	3.34101	59	0.26700	348	4373	
37	27.7964	3.20694	59	0.46280	349	8339	
38	28.2000	3.16196	15	0.33720	87	1484	
39	28.4200	3.13798	6	0.36000	38	512	
40	28.7513	3.10257	6	0.23070	33	513	
41	29.9475	2.98131	6	0.34500	38	686	
42	30.3555	2.94216	5	0.16450	31	430	
43	30.6200	2.91735	4	0.00000	24	0	
44	30.9831	2.88398	21	0.24010	121	1744	
45	31.8850	2.80443	7	0.15000	41	375	
46	32.1700	2.78023	4	0.16660	23	244	
47	32.9414	2.71687	4	0.19710	26	321	

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
48	33.2516	2.69223	5	0.40330	27	470
49	34.7075	2.58256	6	0.16500	34	317
50	35.0400	2.55881	7	0.32000	39	627
51	35.4000	2.53361	10	0.22220	61	714
52	35.7800	2.50756	11	0.29720	65	1162
53	36.5965	2.45347	10	0.33700	61	1133
54	37.0525	2.42432	5	0.20500	31	499
55	39.2800	2.29181	3	0.18000	18	167
56	39.4400	2.28289	5	0.43340	28	424
57	39.8528	2.26019	4	0.14570	21	146
58	40.1780	2.24264	3	0.11600	19	130
59	40.5557	2.22262	5	0.20860	32	412
60	44.3400	2.04131	6	0.15640	33	392
61	44.6000	2.03001	5	0.13340	28	245
62	45.1050	2.00845	6	0.33000	33	550
63	45.5395	1.99029	3	0.20900	20	321
64	46.5600	1.94902	7	0.22660	39	633
65	47.5106	1.91221	4	0.24530	22	340
66	48.5695	1.87297	10	0.22900	59	999
67	50.2066	1.81567	9	0.26670	51	660
68	50.4600	1.80714	3	0.16000	20	162
69	50.9417	1.79118	9	0.21150	53	656
70	52.9298	1.72849	3	0.14540	19	157
71	53.2617	1.71850	4	0.17000	22	179
72	53.5617	1.70958	3	0.23000	19	227
73	53.9600	1.69789	4	0.20580	23	237
74	54.1600	1.69210	5	0.14500	30	291
75	54.7283	1.67586	4	0.14330	25	271
76	55.0850	1.66585	3	0.27000	20	285
77	55.4700	1.65520	4	0.18000	25	310
78	57.6321	1.59814	4	0.22920	26	438
79	57.8733	1.59205	5	0.20000	29	412
80	58.9550	1.56539	3	0.13000	20	280
81	59.9475	1.54182	6	0.29500	33	610
82	60.5600	1.52769	3	0.18000	20	212
83	60.7940	1.52237	6	0.38800	33	615
84	61.7317	1.50147	4	0.23000	22	376
85	64.3400	1.44675	3	0.20000	18	260
86	64.5733	1.44209	4	0.28000	25	473
87	66.2030	1.41049	3	0.21400	19	416
88	67.6600	1.38361	5	0.19000	32	674
89	67.9400	1.37859	7	0.00000	43	0
90	68.3000	1.37220	7	0.19340	42	859
91	68.6075	1.36680	3	0.13500	18	138
92	69.3608	1.35378	3	0.18830	18	325
93	72.5217	1.30237	4	0.21940	23	295
94	72.9166	1.29628	3	0.16670	20	207
95	76.4700	1.24465	4	0.22000	25	426

*** Basic Data Process ***

```
# Data Infomation
  Group Name      : Data 2013
  Data Name      : Nurizq Mauli S
  File Name      : Nurizq Mauli S.RAW
  Sample Name    : Zeolit
  Comment        : Zeolit
  Date & Time    : 07-02-13 14:50:59

# Measurement Condition
  X-ray tube
  target         : Cu
  voltage        : 40.0 (kV)
  current        : 30.0 (mA)

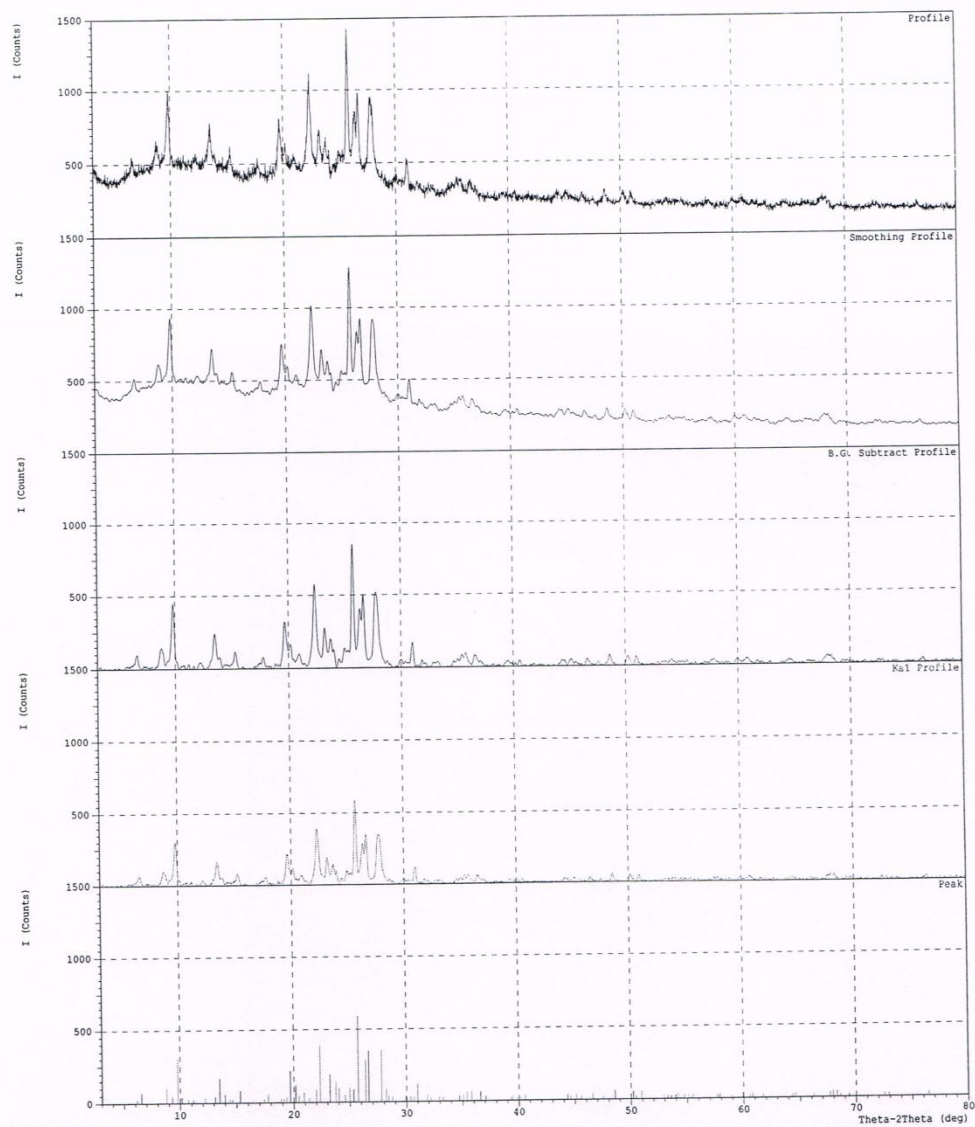
  Slits
  divergence slit : 1.00 (deg)
  scatter slit    : 1.00 (deg)
  receiving slit  : 0.30 (mm)

  Scanning
  drive axis     : Theta-2Theta
  scan range     : 3.0200 - 80.0000 (deg)
  scan mode      : Continuous Scan
  scan speed     : 5.0000 (deg/min)
  sampling pitch : 0.0200 (deg)
  preset time    : 0.24 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing [ AUTO ]
  smoothing points : 17
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points : 19
  repeat times : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio : 50 (%)
  Peak Search [ AUTO ]
  differential points : 13
  FWHM threshold : 0.050 (deg)
  intensity threshold : 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

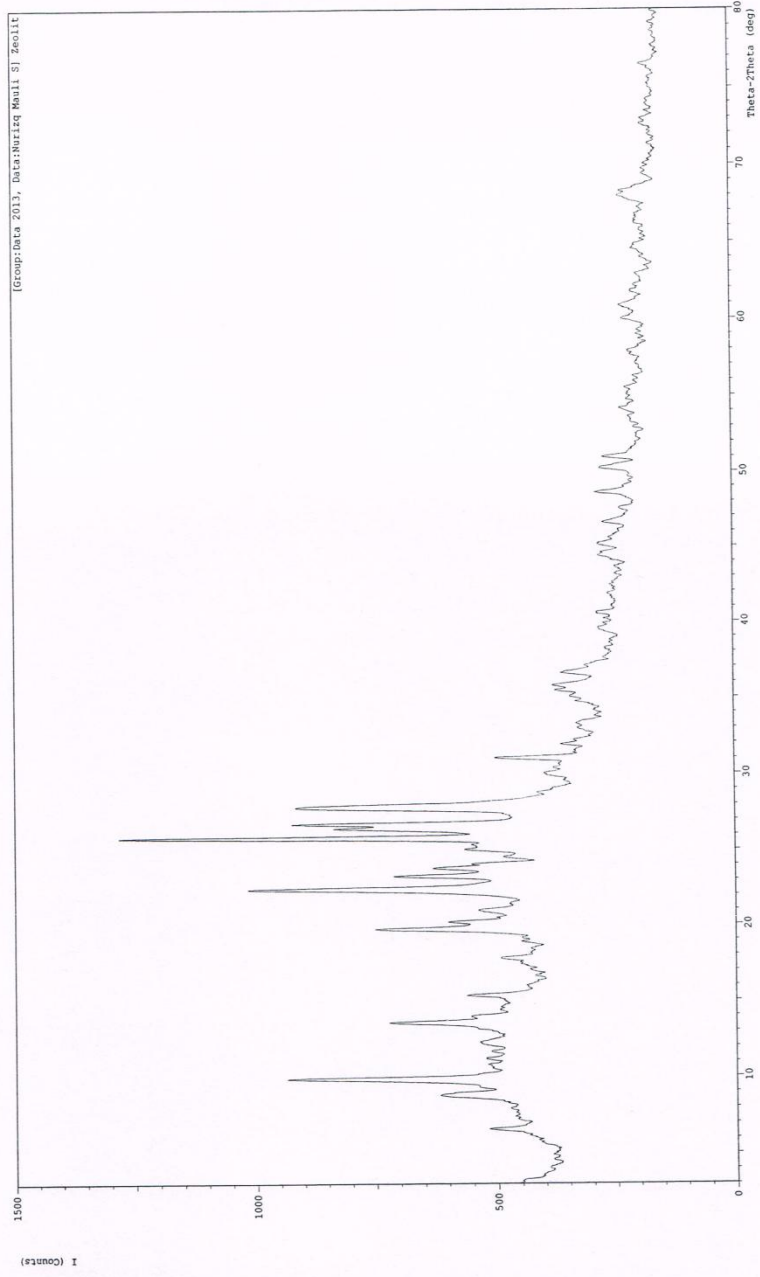
*** Basic Data Process ***

Group Name : Data 2013
Data Name : Nurizq Mauli S
File Name : Nurizq Mauli S.PKR
Sample Name : Zeolit
Comment : Zeolit



*** Multi Plot ***

File Name : Data 2013\Nurizq Mauli S
Sample Name : Zeolit
Date & Time : 07-02-13 14:50:59
Comment : Zeolit
Condition
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA
Scan Range : 3.0000 <-> 80.0000 deg Step Size : 0.0200 deg
Count Time : 0.24 sec Slit DS : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 mm



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0

**Analysis**

Operator:kanghuda
Sample ID: 50/Inst/SA/13
Sample Desc: ZA
Sample weight: 0.4514 g
Outgas Time: 13.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 50.0 min
Cell ID: 92

Date:2013/08/29

Filename:

Comment:

Sample Volume: 0.13237 cc

OutgasTemp: 300.0 C

Bath Temp: 77.3 K

Equil time: 60/60 sec (ads/des)

End of run: 2013/08/29 8:28:20

Report

Operator:nova

Date:9/2/2013

Filename: C:\QCdata\Physisorb\ 20130830_1_Nurizki.qps

Sample Density: 3.41 g/cc

Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)

Instrument: Nova Station A

FW version: 0.00

Multi-Point BET**Data Reduction Parameters Data**

Adsorbate	Po override: 760.00 mmHg	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å ²		
	Molec. Wt.: 28.013 g				

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
4.19278e-03	4.5221	7.4496e-01	1.49811e-01	7.6790	1.8360e+01
2.15585e-02	5.7482	3.0669e+00	1.73169e-01	7.8882	2.1243e+01
4.87435e-02	6.4051	6.4010e+00	1.96796e-01	8.1237	2.4132e+01
6.83900e-02	6.7426	8.7112e+00	2.23029e-01	8.3635	2.7481e+01
8.84024e-02	7.0182	1.1056e+01	2.44580e-01	8.5496	3.0300e+01
1.07293e-01	7.2404	1.3282e+01	2.69761e-01	8.7730	3.3691e+01
1.29416e-01	7.4776	1.5906e+01	2.95428e-01	9.0301	3.7152e+01

BET summary

Slope = 123.421
Intercept = 1.519e-01
Correlation coefficient, r = 0.999752
C constant = 813.535
Surface Area = 28.182 m²/g

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis

Operator:kanghuda
Sample ID: 50/Inst/SAA/13
Sample Desc: ZA
Sample weight: 0.4514 g
Outgas Time: 13.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 50.0 min
Cell ID: 92

Date:2013/08/29

Filename:
Comment:
Sample Volume: 0.13237 cc
OutgasTemp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 60/60 sec (ads/des)
End of run: 2013/08/29 8:28:20

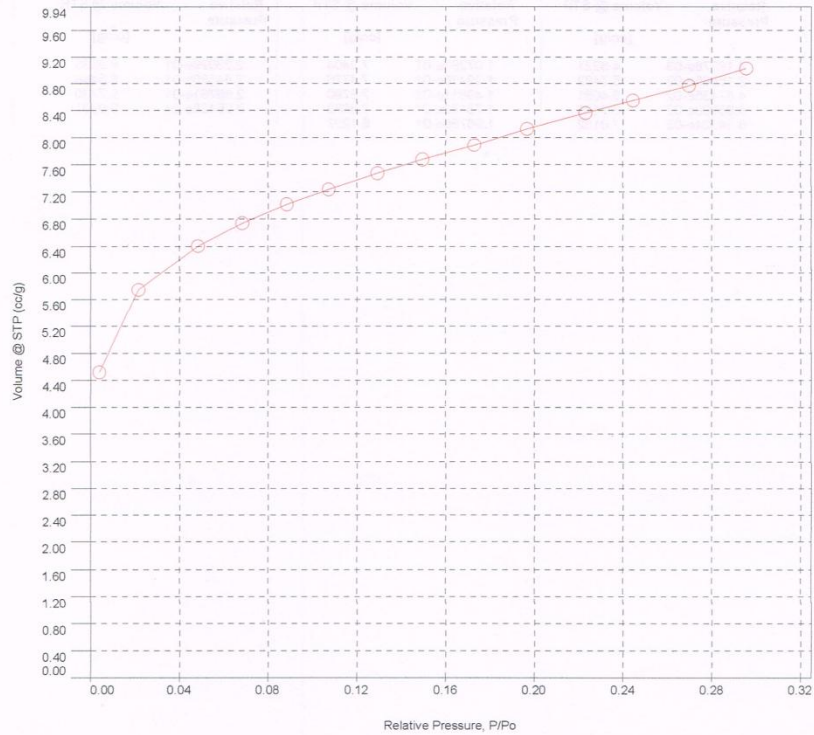
Report

Operator:nova
Date:9/2/2013
C:\QCdata\Physisorb\ 20130830_1_Nurrizki.qps
Sample Density: 3.41 g/cc
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Instrument: Nova Station A
F/W version: 0.00

Isotherm * Linear

Data Reduction Parameters

Adsorbate	Po override: 760.00 mmHg	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
Nitrogen		Cross Section:	16.200 Å²		
Molec. Wt.: 28.013 g					





Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis

Operator:kanghuda
Sample ID: 50/Inst/SA/13
Sample Desc: ZA
Sample weight: 0.4514 g
Outgas Time: 13.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 50.0 min
Cell ID: 92

Date:2013/08/29

Filename:
Comment:
Sample Volume: 0.13237 cc
OutgasTemp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 60/60 sec (ads/des)
End of run: 2013/08/29 8:28:20

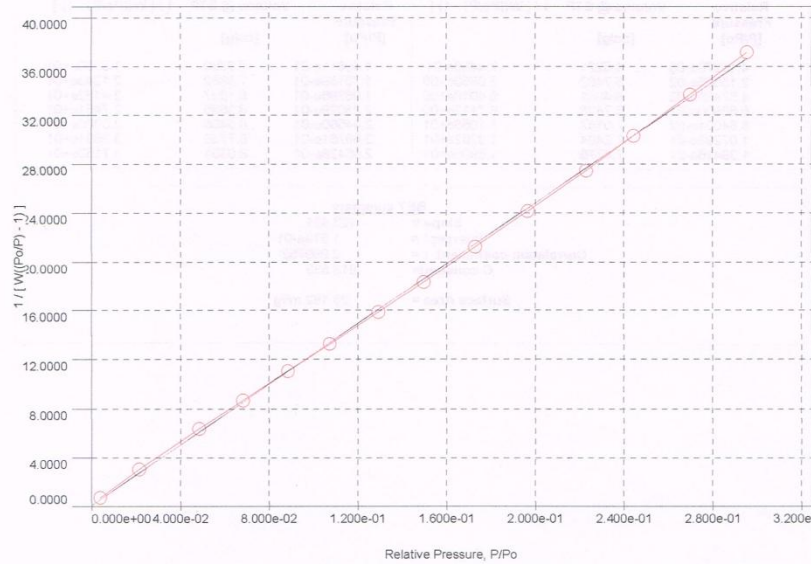
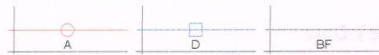
Report

Operator:nova
Date:9/2/2013
Filename: C:\Q\data\Physisorb\ 20130830_1_Nurizki.qps
Sample Density: 3.41 g/cc
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
Instrument: Nova Station A
F/W version: 0.00

Multi-Point BET Plot

Data Reduction Parameters

Adsorbate	Po override: 760.00 mmHg	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
Nitrogen		Cross Section:	16.200 Å²		
Molec. Wt.: 28.013 g					



BET summary	
Slope =	123.421
Intercept =	1.519e-01
Correlation coefficient, r =	0.999752
C constant =	813.535
Surface Area =	28.182 m²/g

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis		Report	
Operator:nova	Date:2013/07/21	Operator:nova	Date:7/23/2013
Sample ID: 40/Inst/SAA/13	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\ 20130722_1_NUR RIZKI.qps	
Sample Desc: ZEOLIT	Comment:		
Sample weight: 0.4841 g	Sample Volume: 0.14197 cc	Sample Density: 3.41 g/cc	
Outgas Time: 8.0 hrs	OutgasTemp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 54.6 min	End of run: 2013/07/21 16:20:44	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 91		F/W version: 0.00	

Isotherm

Data Reduction Parameters Data

<u>Adsorbate</u>	Po override: 760.00 mmHg	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å²		
	Molec. Wt.: 28.013 g				

Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
4.40848e-02	7.2703	1.20966e-01	8.7274	2.22746e-01	9.8998
6.23608e-02	7.7940	1.35678e-01	8.9057	2.42837e-01	10.1021
7.56322e-02	8.0373	1.46980e-01	9.0339	2.76015e-01	10.4952
9.15582e-02	8.2804	1.70169e-01	9.3331	2.93649e-01	10.6828
1.06855e-01	8.5437	1.96620e-01	9.6227		

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis

Operator:nova
Sample ID: 40/Inst/SAA/13
Sample Desc: ZEOLIT
Sample weight: 0.4841 g
Outgas Time: 8.0 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)
Analysis Time: 54.6 min
Cell ID: 91

Report

Date:2013/07/21
Filename: C:\QCdata\Physisorb\ 20130722_1_NUR RIZKI.qps
Operator:nova
Date:7/23/2013
Comment:
Sample Volume: 0.14197 cc
Sample Density: 3.41 g/cc
OutgasTemp: 300.0 C
Bath Temp: 77.3 K
Equil time: 60/60 sec (ads/des)
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)
End of run: 2013/07/21 16:20:44
Instrument: Nova Station A
FW version: 0.00

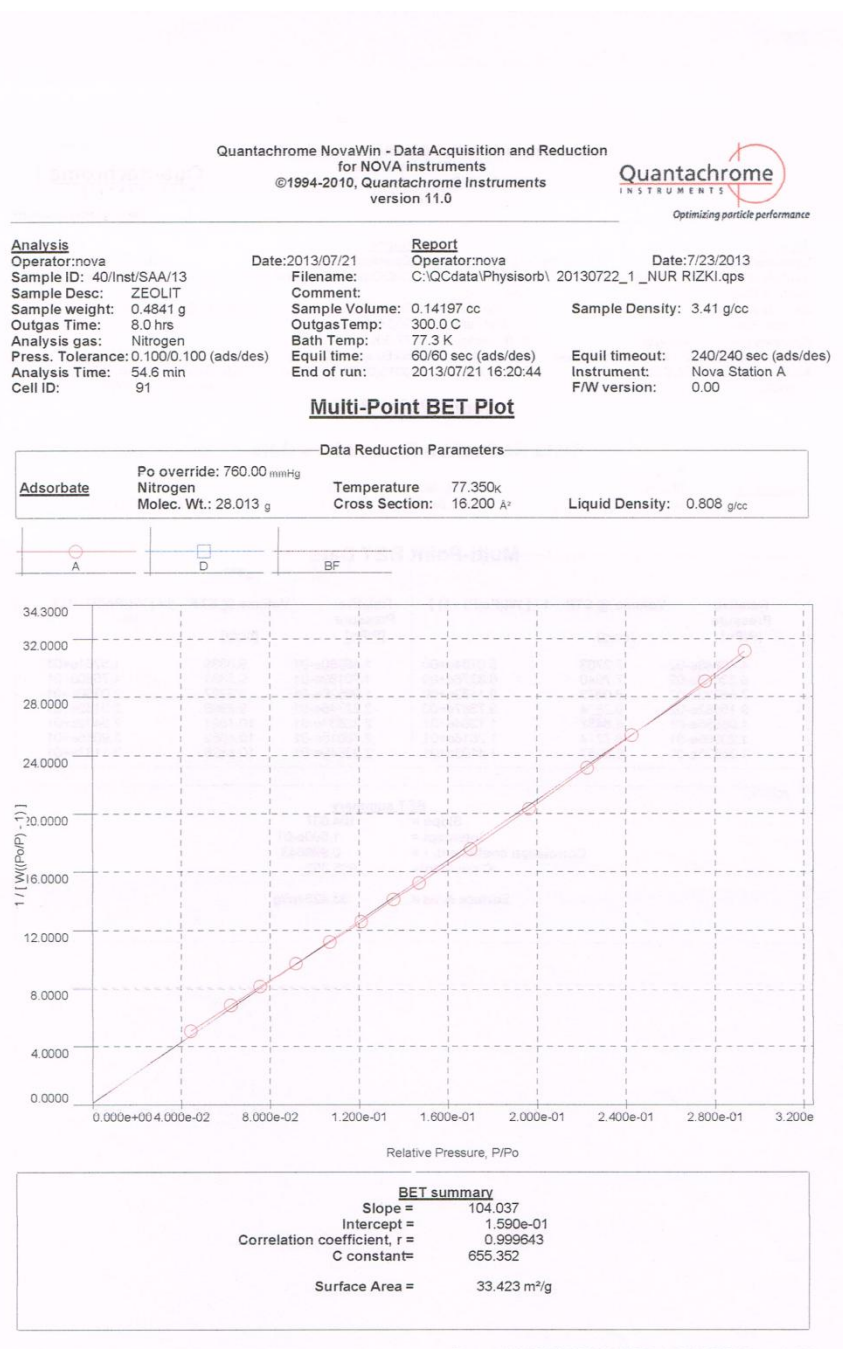
Single Point Surface Area

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Po override: 760.00 mmHg	Temperature	77.350K	Liquid Density: 0.808 g/cc
Nitrogen		Cross Section:	16.200 Å ²	
Molec. Wt.: 28.013 g				

Single Point Surface Area Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	$1 / [W((P/Po) - 1)]$	Slope	Surf. Area [m ² /g]
2.93649e-01	10.6828	3.1137e+01	106.0339	32.8434



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis		Report	
Operator:nova	Date:2013/07/21	Operator:nova	Date:7/23/2013
Sample ID: 40/Inst/SAA/13	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\ 20130722_1_NUR RIZKI.qps	
Sample Desc: ZEOLIT	Comment:		
Sample weight: 0.4841 g	Sample Volume: 0.14197 cc	Sample Density: 3.41 g/cc	
Outgas Time: 8.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)	Equil time: 60/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 54.6 min	End of run: 2013/07/21 16:20:44	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 91		F/W version: 0.00	

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Po override: 760.00 mmHg	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å ²		
	Molec. Wt.: 28.013 g				

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
4.40848e-02	7.2703	5.0754e+00	1.46980e-01	9.0339	1.5261e+01
6.23608e-02	7.7940	6.8276e+00	1.70169e-01	9.3331	1.7580e+01
7.56322e-02	8.0373	8.1452e+00	1.96620e-01	9.6227	2.0350e+01
9.15562e-02	8.2804	9.7387e+00	2.22746e-01	9.8998	2.3162e+01
1.06855e-01	8.5437	1.1204e+01	2.42837e-01	10.1021	2.5402e+01
1.20996e-01	8.7274	1.2616e+01	2.76015e-01	10.4952	2.9065e+01
1.35678e-01	8.9057	1.4103e+01	2.93649e-01	10.6828	3.1137e+01

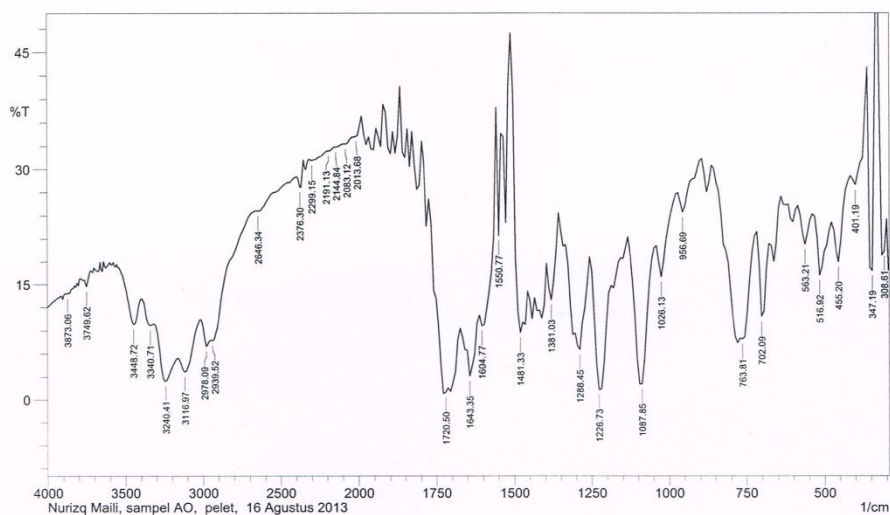
BET summary

Slope = 104.037
Intercept = 1.590e-01
Correlation coefficient, r = 0.999643
C constant = 655.352
Surface Area = 33.423 m²/g

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	308.61	13.473	20.241	331.76	293.18	25.954	3.653
2	347.19	16.748	24.607	362.62	339.47	14.913	6.033
3	401.19	27.966	3.949	416.62	370.33	23.655	1.807
4	455.2	17.947	6.2	470.63	416.62	33.836	2.261
5	516.92	16.193	7.489	532.35	478.35	38.054	4.061
6	563.21	20.234	4.515	586.36	540.07	30.001	1.848
7	702.09	10.761	10.555	717.52	678.94	31.69	5.532
8	763.81	7.857	2.333	771.53	725.23	41.159	2.106
9	956.69	24.47	3.397	972.12	902.69	38.792	1.62
10	1026.13	15.959	5.756	1041.56	979.84	41.558	2.819
11	1087.85	2.033	18.422	1134.14	1049.28	90.009	31.493
12	1226.73	1.319	14.175	1249.87	1195.87	71.216	26.727
13	1288.45	6.475	13.34	1350.17	1257.59	85.026	20.687
14	1381.03	12.972	7.414	1396.46	1357.89	29.733	3.95
15	1481.33	8.691	18.136	1504.48	1458.18	43.189	12.466
16	1550.77	21.383	18.115	1558.48	1512.19	22.755	5.888
17	1604.77	9.599	3.139	1612.49	1566.2	40.56	4.03
18	1643.35	3.072	6.582	1674.21	1620.21	66.125	11.278
19	1720.5	0.942	13.77	1766.8	1681.93	124.807	48.874
20	2013.68	34.141	0.377	2021.4	1998.25	10.662	0.078
21	2083.12	33.245	0.151	2090.84	2036.83	25.522	0.067
22	2144.84	32.853	0.057	2152.56	2090.84	29.665	0.023
23	2191.13	32.359	0.095	2198.85	2152.56	22.55	0.05
24	2299.15	31.164	0.277	2314.58	2198.85	57.846	0.368
25	2376.3	27.651	2.179	2391.73	2353.16	20.804	0.783
26	2646.34	24.577	0.167	2654.05	2399.45	144.736	0.166
27	2939.52	7.668	0.527	2947.23	2661.77	218.416	0.445
28	2978.09	6.9	1.816	3016.67	2954.95	67.564	2.411
29	3116.97	3.646	3.154	3155.54	3024.38	162.463	15.394
30	3240.41	2.431	5.289	3309.85	3163.26	199.551	31.856

Comment;

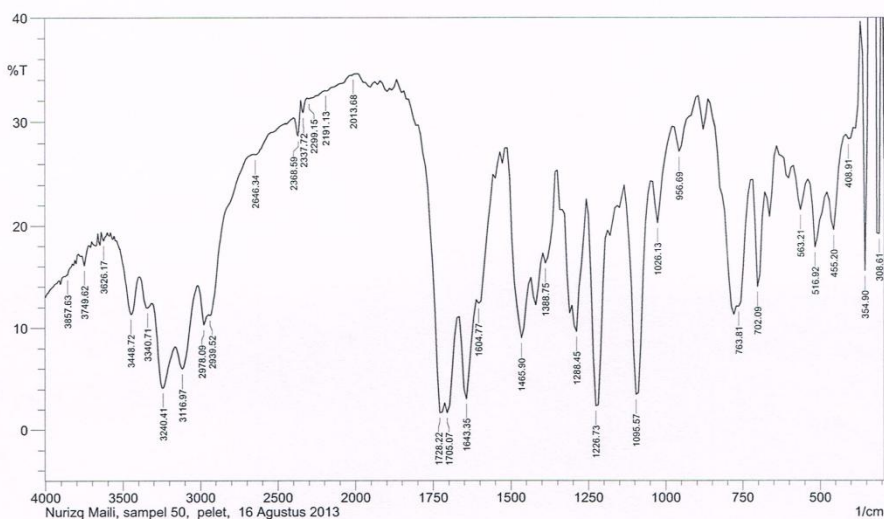
Nurizq Maili, sampel AO, pelet, 16 Agustus 2013

The logo for SHIMADZU, featuring a stylized 'S' symbol followed by the word 'SHIMADZU' in a bold, sans-serif font.

31	3340.71	9.698	1.158	3394.72	3317.56	75.304	2.068
32	3448.72	9.794	4.666	3556.74	3402.43	136.766	10.039
33	3749.62	14.713	1.353	3765.05	3726.47	31.071	0.671
34	3873.06	13.754	0.236	3880.78	3795.91	71.068	0.719



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area	
1	308.61	19.186	47.61	324.04	300.9	12.937	8.678
2	354.9	15.529	34.189	362.62	339.47	11.155	5.959
3	408.91	28.386	2.211	416.62	370.33	23.601	2.312
4	455.2	19.567	5.974	478.35	424.34	33.916	2.465
5	516.92	17.847	5.768	532.35	486.06	31.938	2.632
6	563.21	21.546	3.624	586.36	540.07	29.278	1.449
7	702.09	13.953	10.051	717.52	678.94	28.374	4.299
8	763.81	12.047	2.1	771.53	725.23	35.22	1.346
9	956.69	27.169	2.96	972.12	902.69	36.622	1.343
10	1026.13	20.24	5.363	1041.56	979.84	37.064	2.09
11	1095.57	3.472	20.688	1134.14	1049.28	77.568	25.259
12	1226.73	2.354	17.682	1249.87	1195.87	61.051	22.916
13	1288.45	9.59	12.357	1327.03	1257.59	59.387	13.637
14	1388.75	16.26	2.624	1396.46	1357.89	27.7	2.107
15	1465.9	8.957	9.678	1512.19	1442.75	60.688	10.685
16	1604.77	12.332	1.875	1612.49	1543.05	50.353	1.191
17	1643.35	3.037	8.739	1666.5	1612.49	62.922	13.163
18	1705.07	1.658	2.657	1712.79	1674.21	51.378	5.128
19	1728.22	1.664	4.217	1859.38	1712.79	116.906	4.338
20	2013.68	34.415	0.055	2021.4	1998.25	10.682	0
21	2191.13	32.952	0.091	2198.85	2036.83	76.833	0.336
22	2299.15	32.191	0.17	2314.58	2198.85	56.473	0.203
23	2337.72	30.853	1.292	2353.16	2314.58	19.307	0.314
24	2368.59	28.644	2.703	2391.73	2353.16	20.212	0.771
25	2646.34	26.89	0.139	2654.05	2399.45	137.24	0.105
26	2939.52	11.191	0.511	2947.23	2661.77	194.498	0.313
27	2978.09	10.276	2.034	3016.67	2954.95	57.764	1.861
28	3116.97	5.964	3.863	3155.54	3024.38	138.725	12.052
29	3240.41	4.121	6.264	3309.85	3163.26	172.187	25.28
30	3340.71	11.941	1.241	3394.72	3317.56	68.806	1.797

Comment:

Nurizq Maili, sampel 50, pelet, 16 Agustus 2013

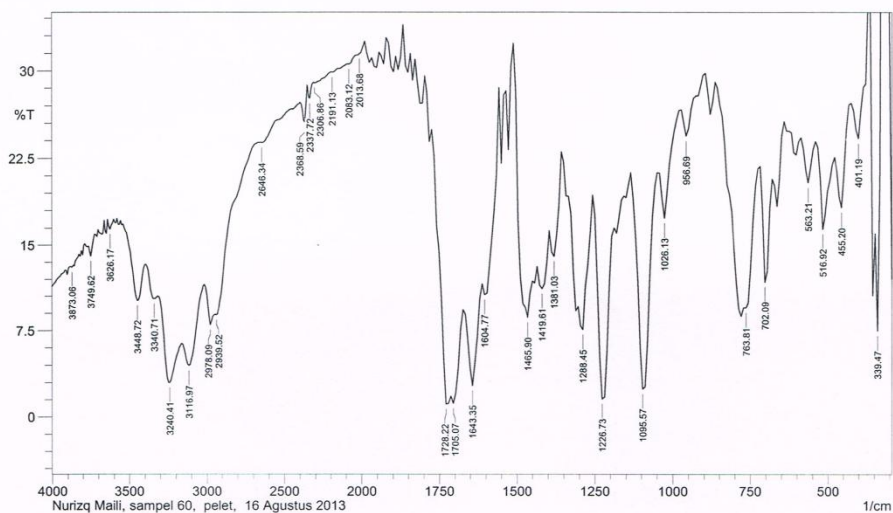


31	3448.72	11.324	4.81	3556.74	3402.43	129.034	9.217
32	3626.17	18.531	0.87	3641.6	3603.03	27.893	0.413
33	3749.62	16.078	1.358	3765.05	3726.47	29.699	0.625
34	3857.63	15.017	0.422	3873.06	3795.91	61.368	0.285

SHIMADZU



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	339.47	7.466	60.653	362.62	324.04	27.82	19.733
2	401.19	24.199	6.737	424.34	370.33	30.064	3.25
3	455.2	18.257	6.579	478.35	432.05	30.626	2.845
4	516.92	16.404	6.524	532.35	486.06	32.974	3.027
5	563.21	20.421	3.697	586.36	540.07	30.16	1.545
6	702.09	11.756	9.627	717.52	678.94	30.777	4.755
7	763.81	9.487	2.052	771.53	725.23	38.834	1.54
8	956.69	24.398	2.647	972.12	933.55	22.688	0.9
9	1026.13	17.357	5.221	1041.56	979.84	40.481	2.35
10	1095.57	2.437	18.851	1134.14	1049.28	85.348	28.324
11	1226.73	1.556	15.277	1249.87	1195.87	67.366	25.171
12	1288.45	7.559	12.73	1350.17	1257.59	82.449	18.913
13	1381.03	14.011	4.98	1396.46	1357.89	29.836	2.922
14	1419.81	11.15	3.236	1435.04	1396.46	34.613	2.757
15	1465.9	8.617	12.195	1512.19	1435.04	69.687	15.242
16	1604.77	10.62	2.573	1612.49	1566.2	39.03	2.762
17	1643.35	2.734	6.853	1666.5	1620.21	58.291	11.341
18	1705.07	1.167	2.159	1712.79	1674.21	54.999	4.76
19	1728.22	1.112	6.664	1766.8	1712.79	73.433	6.923
20	2013.68	31.343	0.188	2021.4	1998.25	11.57	0.027
21	2083.12	30.556	0.12	2090.84	2036.83	27.513	0.053
22	2191.13	29.87	0.076	2198.85	2090.84	56.133	0.057
23	2306.86	28.949	0.109	2314.58	2198.85	61.599	0.198
24	2337.72	27.616	1.238	2353.16	2314.58	21.129	0.334
25	2368.59	25.568	2.536	2391.73	2353.16	22.081	0.81
26	2646.34	23.83	0.135	2654.05	2399.45	149.984	0.138
27	2939.52	8.85	0.473	2947.23	2661.77	214.014	0.345
28	2978.09	7.99	1.864	3016.67	2954.95	64.06	2.194
29	3116.97	4.459	3.326	3155.54	3024.38	153.212	13.544
30	3240.41	3	5.515	3309.85	3163.26	188.773	28.414

Comment;

Nurizq Maili, sampel 60, pelet, 16 Agustus 2013



31	3340.71	10.268	1.09	3394.72	3317.56	73.677	1.815
32	3448.72	10.12	4.317	3556.74	3402.43	135.872	8.731
33	3626.17	16.396	0.846	3641.6	3603.03	29.903	0.456
34	3749.62	14.032	1.299	3765.05	3726.47	31.876	0.68
35	3873.06	13.067	0.368	3888.49	3795.91	79.605	0.894

 Lab Kimia Organik FMIPA - UGM

GCMS-QP2010S SHIMADZU
 Kolom : AGILENT3%W DB-1
 Panjang : 30 meter
 ID : 0.25 mm
 Gas pembawa : Helium
 Pengionan : EI
 70 Ev

Method

[Comment]

Analytical Line 1

[GC-2010]
 Column Oven Temp. :60.0 °C
 Injection Temp. :310.00 °C
 Injection Mode :Split
 Flow Control Mode :Pressure
 Pressure :10.9 kPa
 Total Flow :20.0 mL/min
 Column Flow :0.50 mL/min
 Linear Velocity :25.8 cm/sec
 Purge Flow :3.0 mL/min
 Split Ratio :33.0
 High Pressure Injection :OFF
 Carrier Gas Saver :OFF
 Splitter Hold :OFF
 Oven Temp. Program

Rate	Temperature(°C)	Hold Time(min)
-	60.0	5.00
10.00	300.0	41.00

< Ready Check Heat Unit >
 Column Oven : Yes
 SPL1 : Yes
 MS : No
 < Ready Check Detector(FID) >
 < Ready Check Baseline Drift >
 < Ready Check Injection Flow >
 SPL1 Carrier : Yes
 SPL1 Purge : Yes
 < Ready Check APC Flow >
 < Ready Check Detector APC Flow >
 External Wait : No
 Equilibrium Time :1.0 min

[GC Program]

[GCMS-QP2010]
 IonSource Temp :250.00 °C
 Interface Temp :305.00 °C
 Solvent Cut Time :3.00 min
 Detector Gain Mode :Relative
 Detector Gain :0.00 kV
 Threshold :0

[MS Table]

--Group 1 - Event 1--
 Start Time :3.20min
 End Time :70.00min
 ACQ Mode :Scan
 Event Time :0.50sec
 Scan Speed :1250
 Start m/z :28.00
 End m/z :600.00

Sample Inlet Unit :GC

[MS Program]
 Use MS Program :OFF

D:\MEI 2013\nurzq DHPM u.qgd

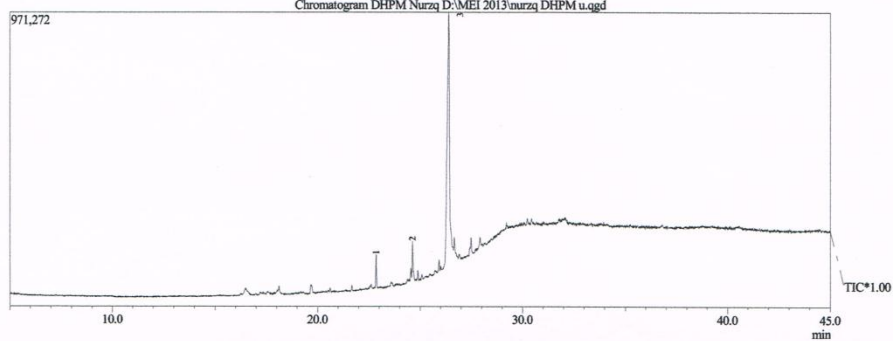
8/2/2013



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM

Sample Information

Analyzed by : Admin
Sample Name : DHPM Nurzq
Sample ID : 7.13.51.1
Data File : D:\MEI 2013\nurzq DHPM u.qgd
Method File : D:\MEI 2013\organik 1.qgm
Tuning File : C:\GCMSolution\System\Tune\130 MEI 2013.qgt

Chromatogram
Chromatogram DHPM Nurzq D:\MEI 2013\nurzq DHPM u.qgd

Peak#	R. Time	I. Time	F. Time	Area	Area%	Height	Name
1	22.852	22.817	22.900	241166	4.05	101415	
2	24.621	24.583	24.667	261168	4.39	108680	
3	26.401	26.217	26.492	5449006	91.56	750571	
				5951340	100.00	960666	

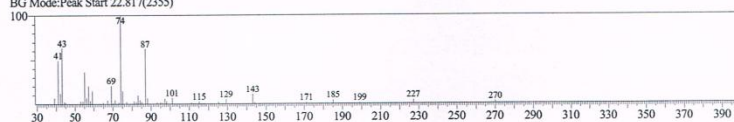
D:\MEI 2013\nurzq DHPM u.qgd

8/2/2013

Library

<< Target >>

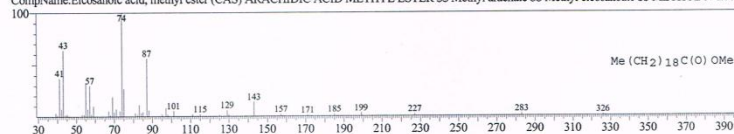
Line#1 R.Time:22.850(Scan#:2359) MassPeaks:46
 RawMode:Single 22.850(2359) BasePeak:74.10(17273)
 BG Mode:Peak Start 22.817(2355)



Hit#1 Entry:161707 Library:WILEY229.LIB

SI:93 Formula:C21 H42 O2 CAS:1120-28-1 MolWeight:326 RetIndex:0

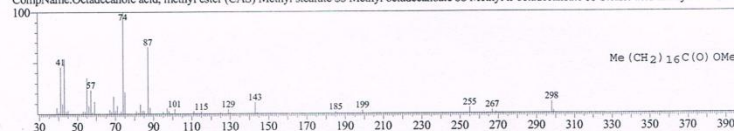
CompName:Eicosanoic acid, methyl ester (CAS) ARACHIDIC ACID METHYL ESTER SS Methyl arachate SS Methyl eicosanoate SS METHYL N-EICO



Hit#2 Entry:144206 Library:WILEY229.LIB

SI:93 Formula:C19 H38 O2 CAS:112-61-8 MolWeight:298 RetIndex:0

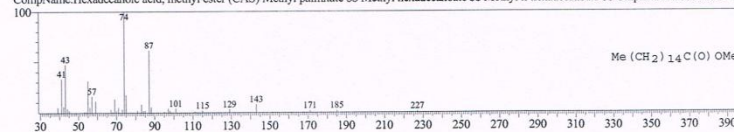
CompName:Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl stearate SS Methyl octadecanoate SS Methyl n-octadecanoate SS Stearic acid methyl ester SS Ke



Hit#3 Entry:124637 Library:WILEY229.LIB

SI:93 Formula:C17 H34 O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RetIndex:0

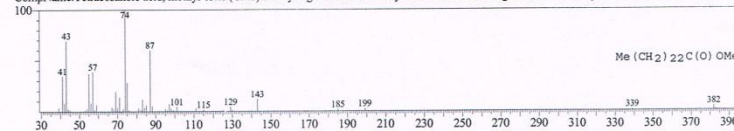
CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate SS Methyl hexadecanoate SS Methyl n-hexadecanoate SS Uniphat A60 SS Metholene



Hit#4 Entry:187516 Library:WILEY229.LIB

SI:92 Formula:C25 H50 O2 CAS:2442-49-1 MolWeight:382 RetIndex:0

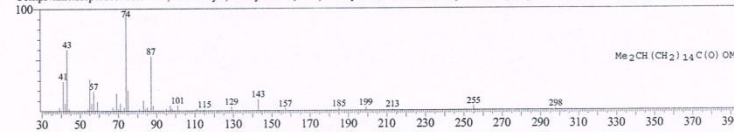
CompName:Tetracosanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl lignocerate SS Methyl tetracosanoate SS Lignoceric acid methyl ester SS tetracosanoic (24 : 0)ac



Hit#5 Entry:144231 Library:WILEY229.LIB

SI:92 Formula:C19 H38 O2 CAS:5129-61-3 MolWeight:298 RetIndex:0

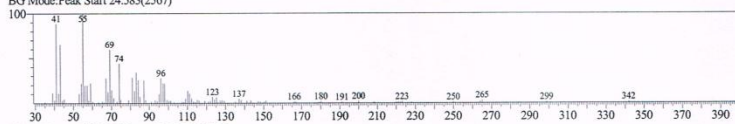
CompName:Heptadecanoic acid, 16-methyl-, methyl ester (CAS) Methyl isosteate SS Methyl 16-methylheptadecanoate SS



D:\MEI 2013\nurzq DHPM u.qgd

8/2/2013

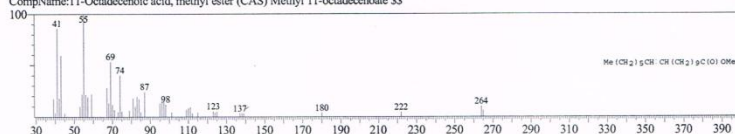
<< Target >>

Line#2 R.Time:24.625(Scan#:2572) MassPeaks:92
RawMode:Single 24.625(2572) BasePeak:55.05(11956)
BG Mode:Peak Start 24.583(2567)

Hit#1 Entry:142908 Library:WILEY229.LIB

SI:93 Formula:C19H36O2 CAS:52380-33-3 MolWeight:296 RetIndex:0

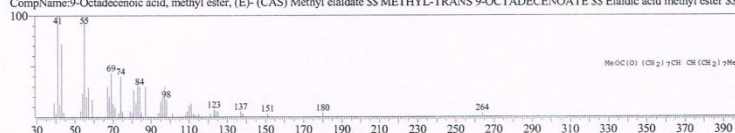
CompName:11-Octadecenoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 11-octadecenoate SS



Hit#2 Entry:142902 Library:WILEY229.LIB

SI:93 Formula:C19H36O2 CAS:1937-62-8 MolWeight:296 RetIndex:0

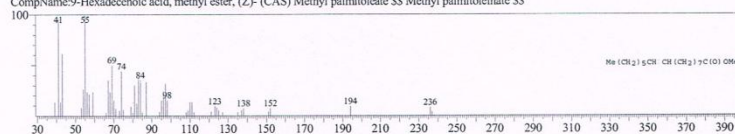
CompName:9-Octadecenoic acid, methyl ester, (E)- (CAS) Methyl elaidate SS METHYL-TRANS 9-OCTADECENOATE SS Elaidic acid methyl ester SS E



Hit#3 Entry:123055 Library:WILEY229.LIB

SI:91 Formula:C17H32O2 CAS:1120-25-8 MolWeight:268 RetIndex:0

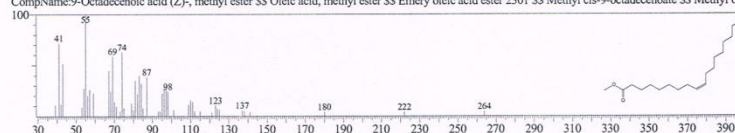
CompName:9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl palmitoleate SS Methyl palmitoleate SS



Hit#4 Entry:42154 Library:NIST62.LIB

SI:91 Formula:C19H36O2 CAS:112-62-9 MolWeight:296 RetIndex:0

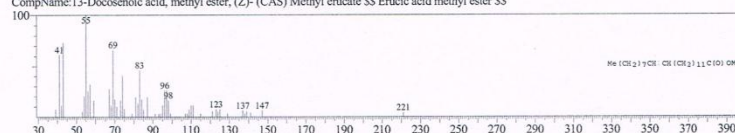
CompName:9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester SS Oleic acid, methyl ester SS Emery oleic acid ester 2301 SS Methyl cis-9-octadecenoate SS Methyl ole



Hit#5 Entry:175148 Library:WILEY229.LIB

SI:90 Formula:C23H44O2 CAS:1120-34-9 MolWeight:352 RetIndex:0

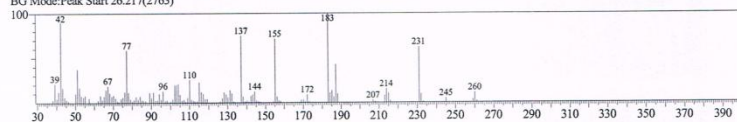
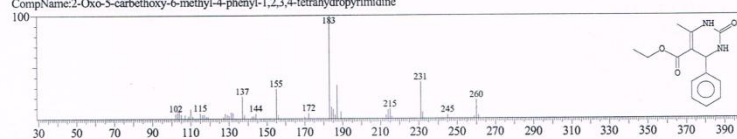
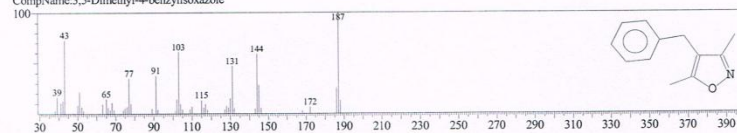
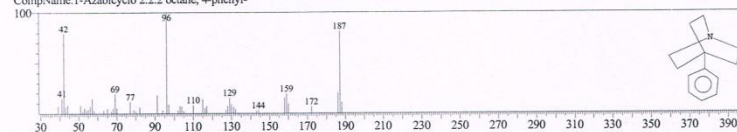
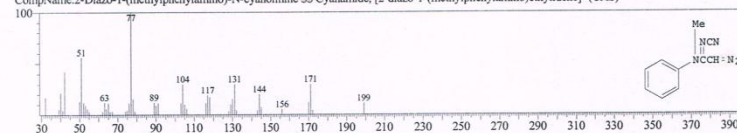
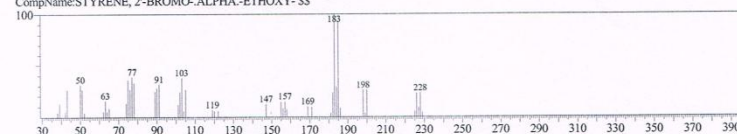
CompName:13-Docosenoic acid, methyl ester, (Z)- (CAS) Methyl erucate SS Erucic acid methyl ester SS



D:\MEI 2013\nurzq DHPM u.qgd

8/2/2013

<< Target >>

Line#3 R_Time:26.400(Scan#:2785) MassPeaks:120
RawMode:Single 26.400(2785) BasePeak:183.05(59138)
BG Mode:Peak Start 26.217(2765)Hit#1 Entry:35855 Library:NIST62.LIB
SI:59 Formula:C14H16N2O3 CAS:0-00-0 MolWeight:260 RetIndex:0
CompName:2-Oxo-5-carboxy-6-methyl-4-phenyl-1,2,3,4-tetrahydropyrimidineHit#2 Entry:19668 Library:NIST62.LIB
SI:56 Formula:C12H13NO CAS:10557-84-3 MolWeight:187 RetIndex:0
CompName:3,5-Dimethyl-4-benzylisoxazoleHit#3 Entry:19686 Library:NIST62.LIB
SI:51 Formula:C13H17N CAS:51069-11-5 MolWeight:187 RetIndex:0
CompName:1-Azabicyclo 2.2.2 octane, 4-phenyl-Hit#4 Entry:66390 Library:WILEY229.LIB
SI:49 Formula:C10H9NS CAS:85980-26-3 MolWeight:199 RetIndex:0
CompName:2-Diazo-1-(methylphenylamino)-N-cyanomimine SS Cyanamide, [2-diazo-1-(methylphenylamino)ethylidene]- (CAS)Hit#5 Entry:89364 Library:WILEY229.LIB
SI:47 Formula:C10H11BrO CAS:0-00-0 MolWeight:226 RetIndex:0
CompName:STYRENE, 2-BROMO-ALPHA-ETHOXY-SS

GAMBAR

Pencucian zeolit dengan aquademin



Zeolit disaring dengan pompa vacum



Sintesis Dihidropirimidinon



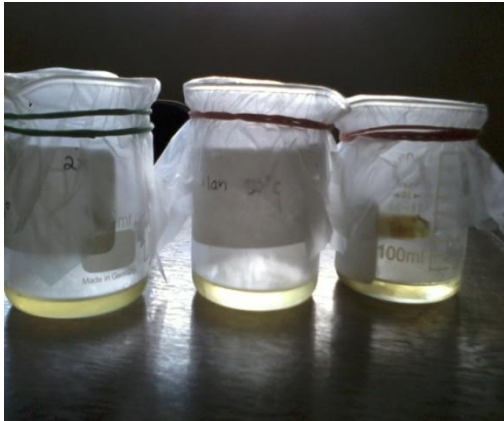
Campuran reaksi yang telah memadat



Campuran reaksi disaring



Filtrat hasil penyaringan



Hasil penyaringan suhu 40,50 dan 60°C



Hasil pengkristalan dalam kulkas



Kristal Dihidropirimidinon yang didapat



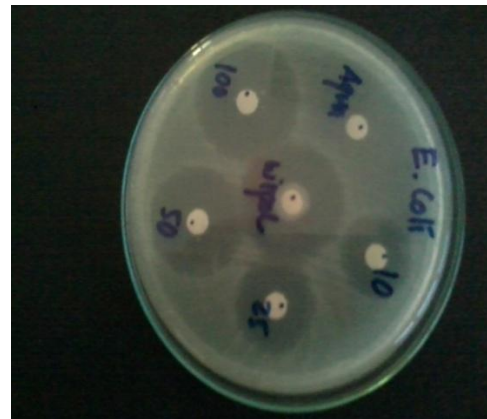
Kristal yang telah dimurnikan



Larutan Dihidropirimidinon yang akan diuji antimikroba



Zona hambat bakteri *Bacillus cereus*



Zona hambat bakteri *Escherichia coli*