

BAB IV

PEMBAHASAN

A. Sintesis senyawa AEW1

Sintesis senyawa AEW1 pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode *microwave* sesuai penelitian yang dilakukan Wibowo (2013). Metode ini dilakukan dengan cara mereaksikan senyawa 2,5-dihidroksiasetofenon dan 2-piridin-karbaldehid tanpa pelarut dengan katalis K_2CO_3 dalam *microwave* pada waktu reaksi 4 menit dan daya 140 watt. Keunggulan sintesis dengan radiasi *microwave* dibandingkan metode konvensional yaitu mudah penanganannya, waktu reaksi lebih singkat, tanpa pelarut, dapat meningkatkan hasil rendemen, hasil produk lebih bersih, ramah lingkungan dan ekonomis (Jayapal dkk, 2010; Kateb dkk, 2016; Shorey dkk, 2012; Srivastava, 2006).

Optimasi sintesis senyawa AEW1 pada penelitian ini dilakukan dengan variasi massa katalis K_2CO_3 , daya *microwave* dan waktu reaksi yang digunakan. Optimasi kondisi percobaan tersebut berdampak pada persen rendemen senyawa murni sehingga diperoleh data-data kondisi optimum. Sintesis senyawa AEW1 dimulai dengan melakukan perhitungan massa 2,5-dihidroksiasetofenon, massa katalis K_2CO_3 dan volume 2-piridin-karbaldehid. Perhitungan massa 2,5-dihidroksiasetofenon, massa katalis K_2CO_3 dan volume 2-piridin-karbaldehid dapat dilihat pada Lampiran 1.

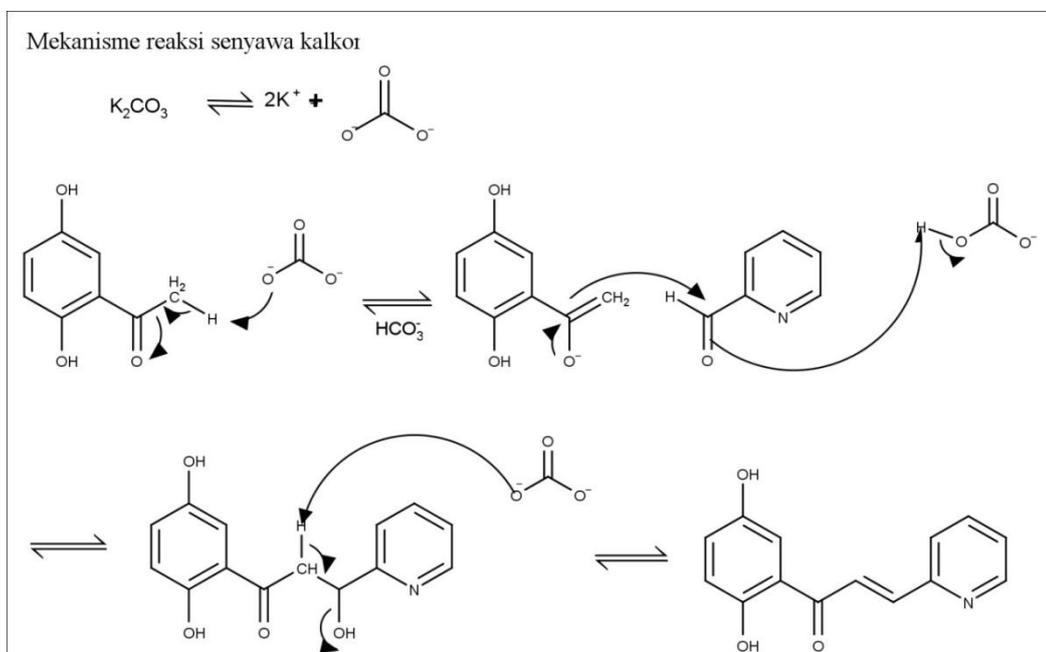
Padatan hasil reaksi memiliki karakteristik berupa padatan berwarna coklat kemerahan. Padatan didinginkan pada suhu kamar kemudian dicuci dengan etanol dan air sambil digerus sampai diperoleh padatan berwarna merah tua. Penambahan etanol bertujuan untuk menghilangkan *starting material* 2,5-dihidroksiasetofenon. Sedangkan penambahan air bertujuan untuk menghilangkan *starting material* 2-piridin-karbaldehid dan katalis K_2CO_3 . Padatan merah tua yang diperoleh dari hasil reaksi biasanya belum murni dan masih mengandung pengotor-pengotor oleh sebab itu dilakukan proses rekristalisasi. Proses rekristalisasi dilakukan dengan melarutkan padatan dalam etanol yang dipanaskan. Hasil rekristalisasi berupa kristal berwarna merah (gambar 4).



Gambar 4. Kristal merah hasil rekristalisasi

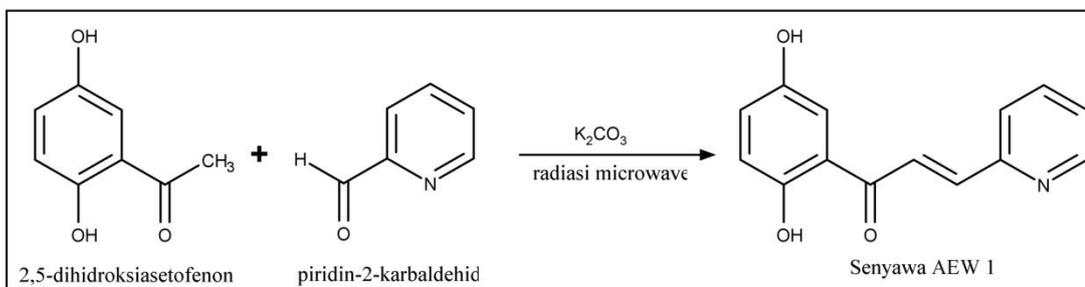
Reaksi pembentukan senyawa AEW1 mengikuti reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan adanya reaktivitas pada atom $C\alpha$ pada asetofenon (2,5-dihidroksiasetofenon) sebagai nukleofil terhadap atom C dari gugus karbonil pada benzaldehid (2-piridin-karbaldehid). Adanya katalis diprediksi menyebabkan gugus karbonil pada asetofenon melepaskan salah satu atom $H\alpha$ sehingga

terbentuk ion enolat. Elektron bebas oksigen akan beresonansi masuk untuk membentuk senyawa netral. Resonansi elektron bebas oksigen pada atom C α akan menyebabkan reaktivitas atom C α pada asetofenon sebagai nukleofil. Nukleofil yang terbentuk akan menyerang atom C karbonil pada gugus benzaldehid (piridin-2-karbaldehid). Hal tersebut dikarenakan atom C karbonil memiliki muatan yang lebih positif sehingga lebih reaktif. Hasil reaksi adisi nukleofilik menghasilkan senyawa yang memiliki gugus H α yang tidak stabil sehingga terjadi resonansi yang menyebabkan gugus hidroksinya terlepas. Hal ini menyebabkan terbentuk ikatan α,β -unsaturated karbonil untuk membentuk senyawa AEW1. Prediksi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pembentukan senyawa AEW1 dapat dilihat pada gambar 5 (Wibowo, 2013).



Gambar 5. Prediksi reaksi pembentukan senyawa AEW1

Reaksi pembentukan senyawa AEW1 menggunakan radiasi *microwave* dengan katalis K_2CO_3 dapat dilihat pada gambar 6.



Gambar 6. Reaksi pembentukan senyawa AEW1 menggunakan radiasi *microwave* dengan katalis K_2CO_3

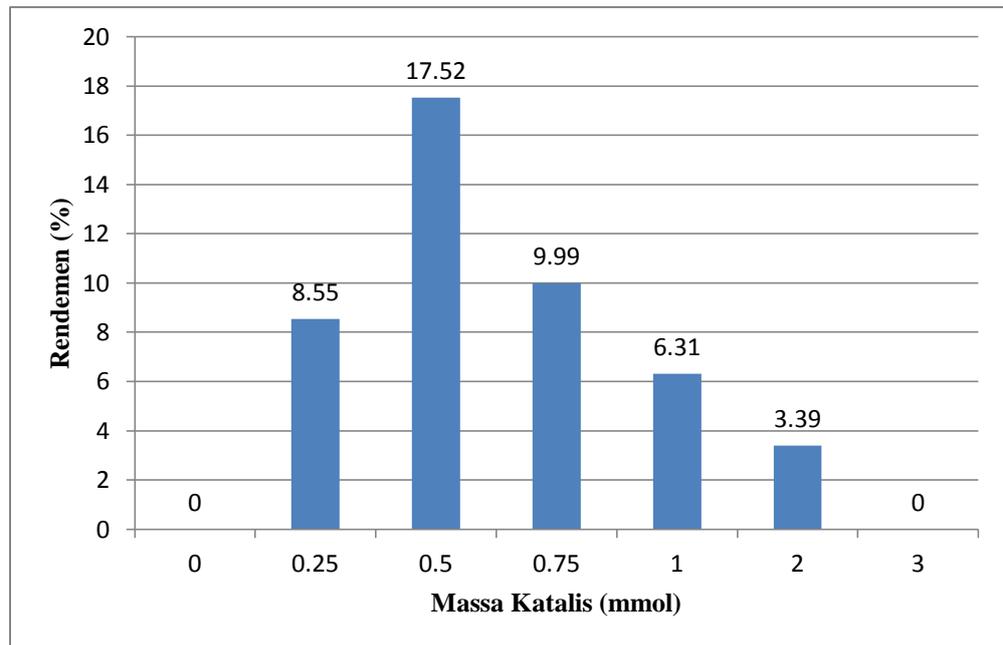
B. Pengaruh Massa Katalis K_2CO_3 Terhadap Rendemen

Optimasi massa katalis K_2CO_3 dilakukan dengan variasi massa katalis yaitu tanpa katalis, 34,5 mg (0,25 mmol), 69 mg (0,5 mmol), 103,5 mg (0,75 mmol), 138 mg (1 mmol), 276 mg (2 mmol) dan 141 mg (3 mmol) dalam *microwave* berdaya 140 watt selama 4 menit. Penambahan katalis akan berpengaruh pada peningkatan kecepatan reaksi dengan adanya penurunan energi aktivasi sehingga waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi menjadi berkurang (Chang, 2010). Berdasarkan optimasi katalis K_2CO_3 yang telah dilakukan, variasi terhadap massa katalis memberikan rendemen hasil sintesis yang berbeda-beda. Hasil rendemen yang didapatkan berdasarkan variasi massa katalis K_2CO_3 yang telah dilakukan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Data hasil rendemen sintesis senyawa berdasarkan variasi katalis

Katalis K₂CO₃ (mmol)	Daya <i>microwave</i> (watt)	Waktu reaksi (menit)	Rendemen (%)
0	140	4	0
0,25	140	4	8,55
0,5	140	4	17,52
0,75	140	4	9,99
1	140	4	6,31
2	140	4	3,39
3	140	4	0

Data hasil rendemen senyawa sintesis yang didapat menunjukkan adanya peningkatan rendemen yang diperoleh dengan dilakukannya penambahan massa katalis K₂CO₃. Pengaruh katalis terhadap perolehan rendemen senyawa sintesis dapat dilihat pada gambar 7. Adanya penambahan massa katalis akan mempercepat reaksi yang terjadi. Kecepatan reaksi ini akan meningkat sampai kecepatan reaksi tidak dapat lebih cepat lagi, kondisi ini dinamakan titik optimum katalis (Chang, 2010). Pada kondisi ini didapatkan massa katalis optimum yang dapat memberikan reaksi tercepat dan hasil rendemen tertinggi. Massa katalis optimum pada tabel tersebut terletak pada massa katalis 69 mg (0,5 mmol). Adanya penambahan katalis melebihi kondisi optimum yaitu pada massa katalis 103,5 mg (0,75 mmol), 138 mg (1 mmol), 276 mg (2 mmol) dan 141 mg (3 mmol) terlihat adanya penurunan hasil rendemen yang diperoleh. Katalis bekerja dengan cara membentuk senyawa intermediet. Penambahan katalis berlebih menyebabkan kejenuhan senyawa intermediet sehingga terjadi reaksi balik yang akan mengurangi kecepatan reaksi dan berdampak pada penurunan jumlah rendemen yang diperoleh (Chang, 2010).



Gambar 7. Pengaruh massa katalis terhadap rendemen senyawa

Sintesis senyawa AEW1 yang dilakukan tanpa katalis tidak menunjukkan hasil karena padatan yang diperoleh memiliki karakteristik berwarna kuning pucat, lembek dan mudah larut saat disaring dengan etanol sehingga tidak menyisakan senyawa pada kertas saring. Hal ini mungkin terjadi karena molekul-molekul senyawa tidak memiliki energi yang cukup untuk melakukan reaksi sehingga tidak diperoleh padatan hasil reaksi berwarna merah tua. Sedangkan sintesis senyawa AEW1 yang dilakukan dengan penambahan katalis sebesar 141 mg (3 mmol) terbentuk hasil reaksi berupa padatan berwarna hitam dan lengket, hal ini mungkin terjadi karena senyawa mengalami dekomposisi akibat penambahan katalis yang berlebih. Perbedaan padatan hasil reaksi yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 8.



Gambar 8. Padatan hasil reaksi pada variasi katalis (A) tanpa katalis (B) katalis 0,5 mmol (C) katalis 3 mmol

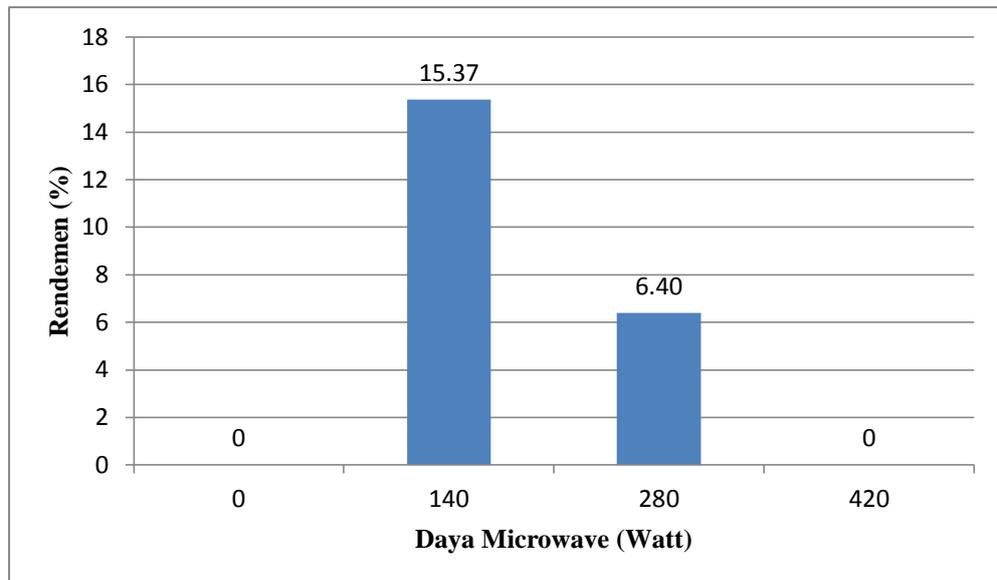
C. Pengaruh Daya *Microwave* Terhadap Rendemen

Optimasi daya *microwave* dilakukan dengan mereaksikan campuran 2,5-dihidroksiasetofenon, 2-piridin-karbaldehid dan katalis K_2CO_3 sebesar 69 mg (0,5 mmol) dalam *microwave* berdaya 0 watt, 140 watt, 260 watt, dan 480 watt selama 4 menit. Menurut Lidstrom dkk (2001) sintesis senyawa kimia menggunakan pemanasan dengan radiasi gelombang mikro dapat mempercepat sintesis. Adanya pelepasan gelombang mikro menyebabkan tumbukan dan gesekan antar molekul sehingga menghasilkan panas. Panas yang dihasilkan akan tersebar keseluruhan permukaan *microwave* menyebabkan transfer energi berlangsung lebih cepat sehingga waktu reaksi lebih singkat. Berdasarkan optimasi daya *microwave* yang telah dilakukan, variasi terhadap daya *microwave* memberikan rendemen hasil sintesis yang berbeda-beda. Hasil rendemen yang didapatkan berdasarkan variasi daya *microwave* yang telah dilakukan dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Data hasil rendemen sintesis senyawa berdasarkan variasi daya *microwave*

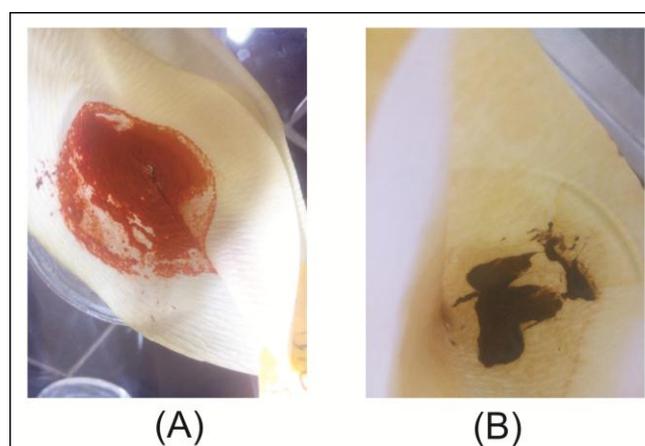
Katalis K_2CO_3 (mmol)	Daya <i>microwave</i> (watt)	Waktu reaksi (menit)	Rendemen (%)
0,5	0	4	0
0,5	140	4	15,37
0,5	280	4	6,40
0,5	420	4	0

Sintesis senyawa AEW1 yang dilakukan tanpa adanya pemanasan dengan *microwave* tidak menunjukkan adanya hasil reaksi karena senyawa menjadi lembek dan larut saat disaring dengan etanol, hal ini mungkin terjadi karena dibutuhkan panas yang cukup agar reaksi dapat berlangsung. Daya *microwave* optimum yang menghasilkan rendemen tertinggi terletak pada daya *microwave* 140 watt. Hal ini diduga karena pada daya tersebut panas yang dihasilkan merupakan panas yang optimum untuk antar molekul saling bertumbukan sehingga transfer energi menjadi maksimal dan senyawa target yang dihasilkan menjadi maksimal pula (Lidstrom dkk, 2001). Adanya peningkatan daya *microwave* melebihi optimum yaitu 280 watt dan 420 watt menyebabkan penurunan hasil rendemen yang diperoleh. Hal ini diduga terjadi karena panas yang diberikan berlebih sehingga dapat menyebabkan senyawa mengalami dekomposisi (Chang, 2010). Pengaruh daya *microwave* terhadap perolehan rendemen senyawa sintesis dapat dilihat pada gambar 9.



Gambar 9. Pengaruh Daya *Microwave* terhadap Rendemen Senyawa

Padatan hasil reaksi pada daya *microwave* 420 watt memiliki karakteristik berwarna hitam, lengket dan berbau gosong. Hal ini dikarenakan perubahan warna yang terjadi akan semakin cepat apabila reaksi berlangsung pada panas yang terlalu tinggi (Chang, 2010). Padatan ini jika dilakukan proses rekristalisasi tidak terbentuk kristal hasil sintesis. Padatan hasil reaksi yang baik adalah padatan yang berwarna merah tua. Perbedaan padatan hasil reaksi yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 10.



Gambar 10. Padatan hasil reaksi pada variasi daya *microwave* (A) padatan merah tua (B) padatan kehitaman dan lengket

D. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Rendemen

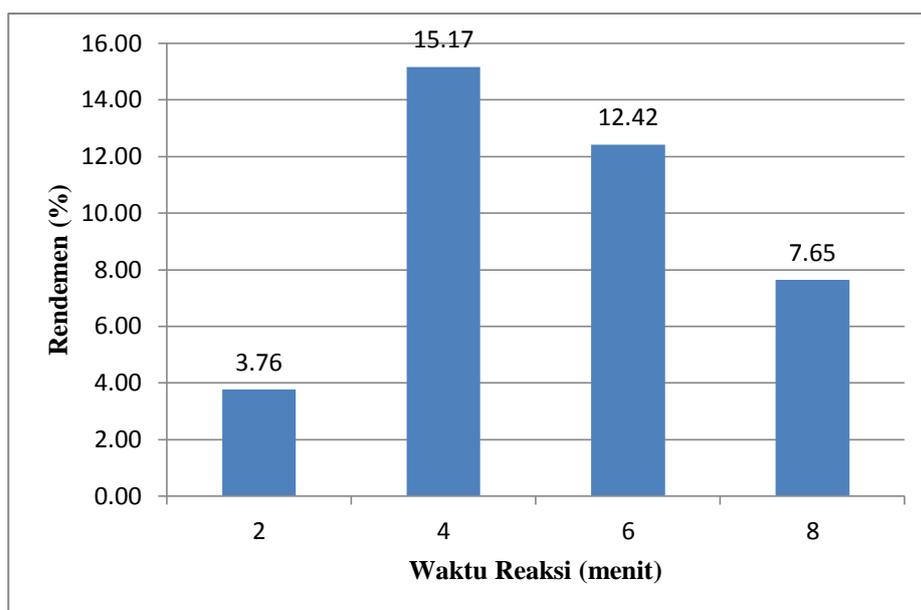
Optimasi daya *microwave* dilakukan dengan mereaksikan campuran 2,5-dihidroksiasetofenon, 2-piridin-karbaldehid dan katalis K_2CO_3 sebesar 69 mg (0,5 mmol) dalam *microwave* berdaya 140 watt dengan variasi waktu reaksi selama 2 menit, 4 menit, 6 menit, dan 8 menit. Berdasarkan optimasi daya *microwave* yang telah dilakukan, variasi terhadap waktu reaksi dengan daya *microwave* yang sama memberikan rendemen hasil sintesis yang berbeda-beda. Hasil rendemen yang didapatkan berdasarkan variasi daya *microwave* yang telah dilakukan dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data hasil rendemen sintesis senyawa berdasarkan variasi waktu reaksi

Katalis K_2CO_3 (mmol)	Daya <i>microwave</i> (watt)	Waktu reaksi (menit)	Rendemen (%)
0,5	140	2	3,76
0,5	140	4	15,17
0,5	140	6	12,42
0,5	140	8	7,65

Lama waktu reaksi 4 menit menunjukkan adanya peningkatan hasil rendemen lebih tinggi dibandingkan pada waktu reaksi 2 menit, 6 menit, dan 8 menit pada daya *microwave* yang sama. Hal ini diduga karena waktu reaksi 4 menit adalah waktu yang optimal untuk senyawa sintesis memaksimalkan absorpsi panas *microwave* pada molekul-molekul senyawa, sehingga kemungkinan tumbukan antar molekul semakin besar yang berakibat pada banyaknya senyawa target yang terbentuk. Sintesis senyawa dalam kondisi waktu reaksi optimum ditandai dengan perolehan hasil rendemen tertinggi. Senyawa AEW1 yang disintesis dibawah waktu reaksi optimum yaitu waktu reaksi 2 menit

diduga menyebabkan absorpsi panas *microwave* oleh molekul-molekul senyawa belum berjalan maksimal sehingga tumbukan antar molekul belum berjalan maksimal pula, akibatnya hasil rendemen yang diperoleh rendah (Lidstrom dkk, 2001). Penambahan waktu reaksi melebihi waktu reaksi optimum yaitu 6 menit dan 8 menit akan menyebabkan panas yang memapar senyawa lebih lama pula akibatnya senyawa mengalami dekomposisi yang berdampak pada penurunan hasil rendemen yang diperoleh. Pengaruh waktu reaksi terhadap perolehan rendemen senyawa sintesis dapat dilihat pada gambar 11.



Gambar 11. Pengaruh waktu reaksi terhadap rendemen senyawa

E. Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis

Kemurnian senyawa hasil sintesis didasarkan pada parameter ketajaman jarak lebur dan kromatografi lapis tipis dengan 3 sistem fase gerak yang berbeda. Senyawa hasil sintesis dikatakan cukup murni dilihat dari jarak lebur yang cukup

tajam kurang dari atau sama dengan 2° C (Vogel,1996). Hasil Uji titik lebur senyawa AEW1 dapat dilihat pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil uji titik lebur senyawa AEW1

Parameter	Replikasi	Titik Lebur (°C)
Tanpa Katalis	1	-
	2	-
	3	-
Katalis 0,25 mmol	1	189,9-190,9
	2	189,9-190,9
	3	189,9-190,9
Katalis 0,5 mmol	1	189,6-190,8
	2	189,6-190,8
	3	189,6-190,8
Katalis 0,75 mmol	1	188,9-190,9
	2	188,9-190,10
	3	188,9-190,11
Katalis 1 mmol	1	189,6-190,5
	2	189,6-190,5
	3	189,6-190,5
Katalis 2 mmol	1	188,7-189,8
	2	188,7-189,8
	3	188,7-189,8
Katalis 3 mmol	1	-
	2	-
	3	-
Tanpa <i>Microwave</i>	1	-
	2	-
	3	-
Daya <i>Microwave</i> 140 W	1	188,5-189,2
	2	188,5-189,2
	3	188,5-189,2
Daya <i>Microwave</i> 280 W	1	187,5-188,4
	2	187,5-188,4
	3	187,5-188,4
Daya <i>Microwave</i> 420 W	1	-
	2	-
	3	-

Waktu Reaksi 2 menit	1	187,6-188,2
	2	187,6-188,2
	3	187,6-188,2
Waktu Reaksi 4 menit	1	187,0-187,8
	2	187,0-187,8
	3	187,0-187,8
Waktu Reaksi 6 menit	1	187,4-188,3
	2	187,4-188,3
	3	187,4-188,3
Waktu Reaksi 8 menit	1	188,7-189,5
	2	188,7-189,5
	3	188,7-189,5

Berdasarkan pemeriksaan titik lebur, terlihat bahwa senyawa hasil sintesis memiliki jarak lebur yang cukup tajam berkisar 2° C. Pemeriksaan kemurnian senyawa hasil sintesis juga diperkuat dengan hasil uji kemurnian Kromatografi Lapis Tipis (KLT).

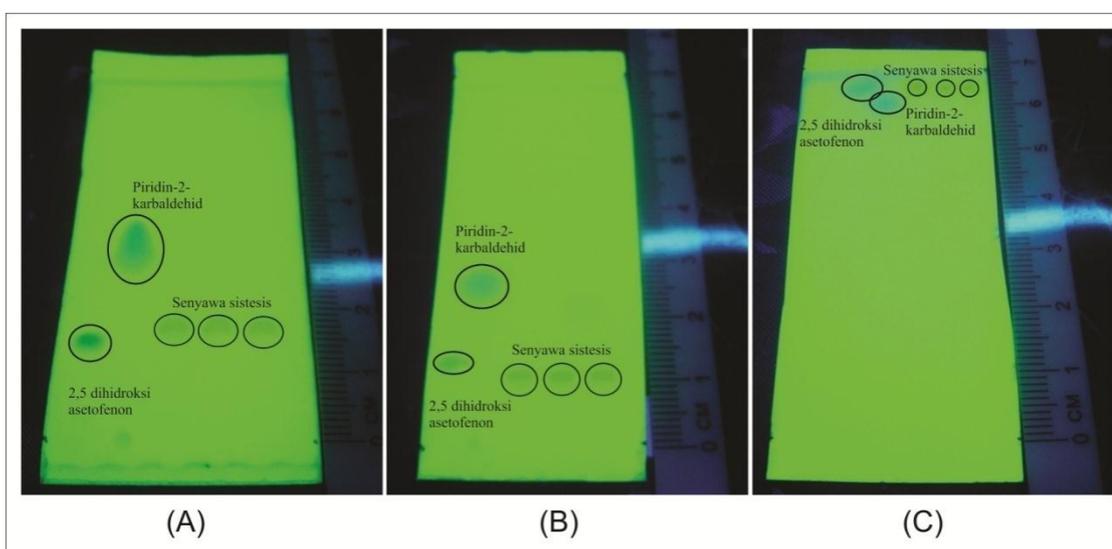
Pemeriksaan kemurnian senyawa dengan KLT dilakukan dengan menggunakan 3 fase gerak yaitu kloroform; heksana : etanol (10:1); dan etanol : heksana (2:1). Data nilai R_f senyawa AEW1 dapat dilihat pada tabel 6.

Tabel 6. Hasil uji KLT senyawa AEW1

Parameter	Replikasi	Kloroform	Hexana : Etanol (10:1)	Hexana : Etanol (1 : 2)
Tanpa Katalis	1	-	-	-
	2	-	-	-
	3	-	-	-
Katalis 0,25 mmol	1	0,25	0,142	0,9285
	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
Katalis 0,5 mmol	1	0,25	0,142	0,9285
	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
Katalis 0,75 mmol	1	0,25	0,142	0,9285
	2	0,25	0,142	0,9285

	3	0,25	0,142	0,9285
	1	0,25	0,142	0,9285
Katalis 1 mmol	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	0,25	0,142	0,9285
Katalis 2 mmol	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	-	-	-
Katalis 3 mmol	2	-	-	-
	3	-	-	-
	1	-	-	-
Tanpa <i>Microwave</i>	2	-	-	-
	3	-	-	-
	1	0,25	0,142	0,9285
Daya <i>Microwave</i> 140 W	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	0,25	0,142	0,9285
Daya <i>Microwave</i> 280 W	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	-	-	-
Daya <i>Microwave</i> 420 W	2	-	-	-
	3	-	-	-
	1	0,25	0,142	0,9285
Waktu Reaksi 2 menit	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	0,25	0,142	0,9285
Waktu Reaksi 4 menit	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	0,25	0,142	0,9285
Waktu Reaksi 6 menit	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285
	1	0,25	0,142	0,9285
Waktu Reaksi 8 menit	2	0,25	0,142	0,9285
	3	0,25	0,142	0,9285

Hasil KLT dengan menggunakan fase diam silika gel 60 GF₂₅₄ dengan ketiga fase gerak yaitu kloroform; heksana : etanol (10:1); dan etanol : heksana (2:1) menunjukkan satu bercak untuk semua hasil sintesis (Lihat Gambar 12) dengan nilai R_f masing-masing sebesar 0,25; 0,142; 0,9285. Dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Wibowo (2013) nilai R_f yang didapatkan tidak jauh berbeda yaitu 0,25; 0,125; 0,875. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis dapat dianggap murni secara KLT.



Gambar 12. Uji kemurnian dengan KLT dengan fase gerak (A) kloroform; (B) heksana : etanol (10:1) ; (C) etanol : heksana (2:1)

F. Optimasi sintesis senyawa AEW1 Menggunakan *Response Surface*

Methodology (RSM)

Uji analisis terhadap senyawa AEW1 dengan menggunakan perangkat lunak *Portable Statgraphics Centurion 15.2.11.0* yaitu aplikasi *Response Surface Methodology (RSM)* untuk menganalisa hubungan antara variabel respon atau dependent (rendemen senyawa AEW1) terhadap variabel bebas atau independent (katalis, daya *microwave* dan waktu reaksi) dengan tujuan untuk mengoptimalkan

respon tersebut. Optimasi sintesis senyawa AEW1 dilakukan menggunakan desain eksperimen Box Benhken dengan tiga variabel bebas yang digunakan adalah katalis, daya *microwave* dan waktu reaksi yang dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Faktor-faktor sintesis senyawa AEW1

Faktor	Level		
	Low (-1)	Middle (0)	High (+1)
A. Katalis	0,25	0,5	0,75
B. Daya <i>Microwave</i>	0	140	280
C. Waktu Reaksi	2	4	6

Setelah memasukkan nilai variabel pada aplikasi dan memilih Box Benhken maka diperoleh desain eksperimen sebanyak 15 percobaan yang dapat dilihat pada tabel 8.

Tabel 8. Desain eksperimen Box Benhken

Eksperimen	Parameter Operasional		
	Katalis (mmol)	Daya <i>Microwave</i> (Watt)	Waktu Reaksi (Menit)
1	0,5	140	4
2	0,5	0	6
3	0,75	280	4
4	0,5	0	2
5	0,5	280	6
6	0,75	140	2
7	0,5	140	4
8	0,25	140	2
9	0,75	140	6
10	0,75	0	4
11	0,25	0	4
12	0,25	140	6
13	0,5	140	4
14	0,5	280	2
15	0,25	280	4

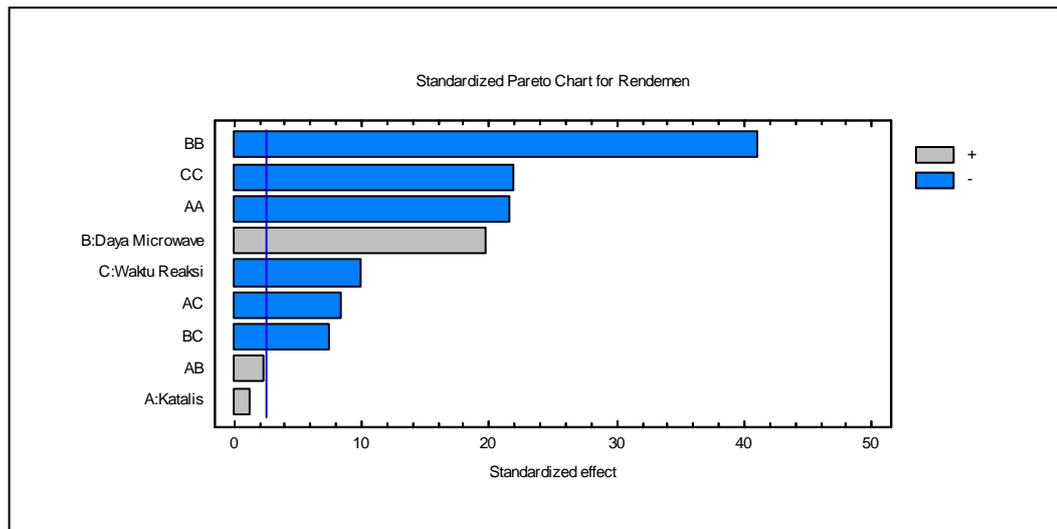
Respon yang diharapkan dari desain eksperimen Box Benhken dengan variabel-variabel tersebut adalah nilai rendemen yang optimum pada optimasi sintesis senyawa AEW1. Untuk mendapatkan hasil percobaan yang akurat, maka dilakukan replikasi sebanyak satu kali pada masing-masing percobaan. Nilai rendemen yang dihasilkan dapat dilihat pada tabel 9.

Tabel 9. Hasil sintesis senyawa AEW1

Eksperimen	Parameter Operasional			Rendemen I (%)	Rendemen II (%)	Rata-rata (%)
	Katalis (mmol)	Daya Microwave (Watt)	Waktu Reaksi (Menit)			
1	0,5	140	4	15,9751	15,7676	15,8713
2	0,5	0	6	0	0	0
3	0,75	280	4	6,35	6,62	6,49
4	0,5	0	2	0	0	0
5	0,5	280	6	2,14	2,89	2,52
6	0,75	140	2	9,27	9,98	9,63
7	0,5	140	4	14,3983	16,4315	15,41
8	0,25	140	2	6,43	6,57	6,5
9	0,75	140	6	3,37	3,86	3,62
10	0,75	0	4	0	0	0
11	0,25	0	4	0	0	0
12	0,25	140	6	6,93	7,35	7,14
13	0,5	140	4	14,3568	17,1784	15,77
14	0,5	280	2	8,49	8,32	8,41
15	0,25	280	4	4,76	4,51	4,64

Berdasarkan desain eksperimen yang dilakukan, didapatkan juga persamaan (Lihat persamaan 2) yang dapat digunakan untuk menghitung presentase hasil rendemen secara teoritis sintesis senyawa AEW1 apabila diketahui massa katalis, daya *microwave* dan waktu reaksinya.

$$\begin{aligned} \text{Rendemen} = & -37.5713 + 83440 (\text{Katalis}) + 0.15475 (\text{Daya Microwave}) + 10.7025 \\ & (\text{Waktu Reaksi}) - 7.126\text{E}7 (\text{Katalis})^2 + 13.2143 (\text{Katalis}) (\text{Daya Microwave}) - \\ & 3325.0 (\text{Katalis}) (\text{Waktu Reaksi}) - 0.000430804 (\text{Daya Microwave})^2 - 0.00525893 \\ & (\text{Daya Microwave}) (\text{Waktu Reaksi}) - 1.12594 (\text{Waktu Reaksi})^2 \dots\dots\dots(2) \end{aligned}$$



Gambar 13. Grafik pareto hasil sintesis senyawa AEW1

Grafik pareto yang didapat memperlihatkan efek standar interaksi dari variabel-variabel bebas yang mempengaruhi hasil rendemen (variabel dependen) sintesis senyawa AEW1. Pada grafik tersebut diperoleh variabel bebas yang secara signifikan dapat mengurangi hasil rendemen dan variabel bebas yang dapat meningkatkan hasil rendemen. Urutan variabel bebas yang paling signifikan dalam mengurangi perolehan hasil rendemen sintesis senyawa AEW1 adalah efek kuadrat dari daya *microwave* (BB) > efek kuadrat dari waktu reaksi (CC) > efek kuadrat dari katalis (AA) > efek waktu reaksi tunggal (C) > interaksi antara katalis dan waktu reaksi (AC) > interaksi antara daya *microwave* dan waktu reaksi (BC). Sedangkan urutan variabel bebas yang dapat meningkatkan perolehan hasil

rendemen adalah efek daya *microwave* tunggal (B) > interaksi antara katalis dan power *microwave* (AB) > efek faktor katalis tunggal (A).

Analisis ANOVA digunakan untuk menentukan variabel-variabel bebas yang signifikan mempengaruhi hasil rendemen sintesis senyawa AEW1 melalui identifikasi *P-value*. Hasil *P-value* yang kurang dari 0,05 menandakan variabel bebas tersebut secara signifikan dapat mempengaruhi perolehan hasil rendemen (variabel respon). Hasil analisis Anova dapat dilihat pada tabel 10.

Tabel 10. Analisis ANOVA pada sintesis senyawa AEW1

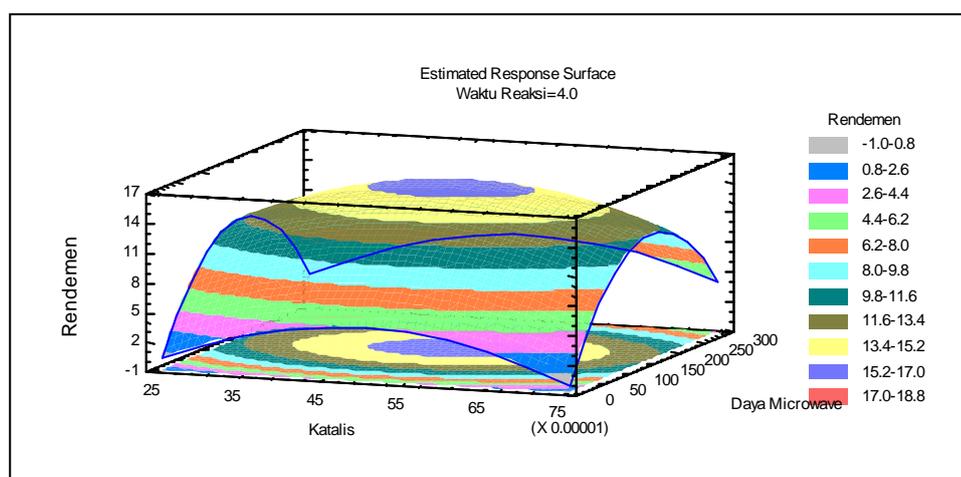
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
A:Katalis	0.26645	1	0.26645	1.70	0.2485
B:Daya <i>Microwave</i>	60.8304	1	60.8304	389.24	0.0000
C:Waktu Reaksi	15.8485	1	15.8485	101.41	0.0002
AA	73.2402	1	73.2402	468.65	0.0000
AB	0.855625	1	0.855625	5.47	0.0664
AC	11.0556	1	11.0556	70.74	0.0004
BB	263.25	1	263.25	1684.48	0.0000
BC	8.67303	1	8.67303	55.50	0.0007
CC	74.8939	1	74.8939	479.23	0.0000
Total error	0.7814	5	0.15628		
Total (corr.)	463.23	14			

R-squared = 99.8313 percent

Standard Error of Est. = 0.395323

Dari analisis ANOVA diatas memperlihatkan variabel-variabel bebas yang memberi efek signifikan pada perolehan hasil rendemen adalah efek tunggal dari daya *microwave* (B), efek tunggal dari waktu reaksi (C), efek kuadrat katalis (AA), interaksi antara katalis dan waktu reaksi (AC), efek kuadrat dari daya *microwave* (BB), interaksi antara daya *microwave* dan waktu reaksi (BC), dan

efek kuadrat dari waktu reaksi (CC). Sedangkan nilai *R-square* sebesar 99,8313 % dan standar deviasi sebesar 0,395323. Hasil ini menunjukkan bahwa analisis yang dilakukan memiliki tingkat presisi yang baik. Hal ini menandakan bahwa persamaan (2) dapat digunakan untuk menghitung presentase hasil rendemen secara teoritis.



Gambar 14. Kontour plot sintesis senyawa AEW1

Grafik hubungan antara pengaruh variabel bebas terhadap respon hasil sintesis senyawa AEW1 dikenal sebagai kontour plot model regresi yang dapat dilihat pada gambar 14. Kontour plot yang didapatkan menunjukkan bahwa kondisi optimum untuk menghasilkan rendemen tertinggi dalam sintesis senyawa AEW1 adalah dengan katalis sebesar 0,5 mmol, daya *microwave* 165 watt dan waktu reaksi 3 menit 36 detik.

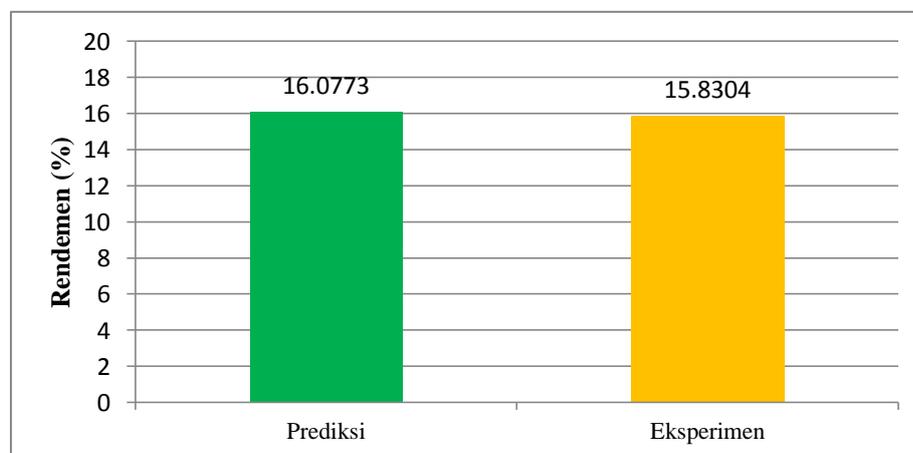
Tabel 11. Kondisi optimum sintesis senyawa AEW1

Factor	Low	High	Optimum
Katalis	0,25	0,75	0,5168
Daya <i>Microwave</i>	0	280	165,541
Waktu Reaksi	2	6	3,60286

Validasi kondisi optimum yang didapat perlu dilakukan untuk membuktikan apakah perolehan hasil eksperimen sintesis senyawa AEW1 tidak jauh berbeda dengan hasil rendemen teoritis yang didapatkan, sehingga dapat dikatakan uji hipotesis benar adanya. Berdasarkan persamaan (2), nilai rendemen teoritis senyawa senyawa AEW1 yang didapat adalah 16,0773 %. Pembuktian dilakukan dengan satu kali replikasi menggunakan kondisi optimum yang diperoleh dan didapatkan hasil rendemen eksperimen senyawa AEW1 sebesar 15,8304 %. Perbedaan hasil rendemen eksperimen dan rendemen teoritis dapat dihitung dengan persamaan 3.

$$\text{Perbedaan rendemen} = \left(\frac{\text{prediksi rendemen} - \text{rendemen eksperimen}}{\text{prediksi rendemen}} \right) \times 100\% \quad (3)$$

Perbedaan rendemen yang didapatkan adalah 1,53%. Perbandingan hasil rendemen yang didapatkan secara prediksi dan eksperimen dapat dilihat pada gambar 15. Hasil ini menunjukkan bahwa perbedaan rendemen < 5% AQL (*Acceptable Quality Level*). Dengan demikian, persamaan yang didapatkan dapat digunakan untuk menghitung hasil rendemen teoritis senyawa AEW1 apabila diketahui massa katalis, daya *microwave* dan waktu reaksi yang digunakan.



Gambar 15. Perbandingan hasil rendemen prediksi dan eksperimen senyawa AEW1