

PERBANDINGAN SINTESIS SENYAWA 2,5-BIS-(3,4-DIMETOKSIBENZILIDEN)SIKLOPENTANON DENGAN MENGGUNAKAN METODE KONVENTSIONAL DAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO



LADY L.D.S.BUDI

2443017028

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI**

**UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA
2021**

PERBANDINGAN SINTESIS SENYAWA 2,5-BIS-(3,4-DIMETOKSIBENZILIDEN)SIKLOPENTANON DENGAN MENGGUNAKAN METODE KONVENTSIONAL DAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

OLEH:
LADY L.D.S.BUDI
2443017028

Telah disetujui pada tanggal 02 Agustus 2021 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Prof. Dr. apt. Tutuk Budiati, MS.
NIK.241.18.0996

Pembimbing II,



Prof. Dr. Ami Soewandi J.S.
NIK.241.02.0542

Mengetahui
Ketua Pengaji



apt. Dra. Emi Sukarti, M.Si.,
NIK. 241.81.0081

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi atau karya ilmiah saya, dengan judul **“Perbandingan Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(3,4-dimetoksibenziliden)Siklopentanon Dengan Menggunakan Metode Konvensional Dan Bantuan Irradiasi Gelombang Mikro”** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unversitas Katolik Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta. Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 02 Agustus 2021



Lady L.D.S.Budi
2443017028

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 02 Agustus 2021



Lady L.D.S.Budi
2443017028

ABSTRAK

PERBANDINGAN SINTESIS SENYAWA 2,5-BIS-(3,4-DIMETOKSIBENZILIDEN)SIKLOPENTANON DENGAN MENGGUNAKAN METODE KONVENTIONAL DAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

**LADY L.D.S.BUDI
2443017028**

Analog kurkumin merupakan senyawa yang dapat disintesis dari turunan benzaldehida dan keton melalui kondensasi aldol silang. Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan efisiensi dari kedua metode tersebut terhadap sintesis senyawa 2,5- bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon, ditinjau dari rendemen hasil. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis senyawa 2,5- bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan menggunakan metode konvensional dan metode bantuan iradiasi gelombang mikro. Metode konvensional dilakukan dengan bantuan pengaduk magnetic dalam suhu ruang. Selain metode konvensional, dilakukan pula sintesis dengan metode iradiasi gelombang mikro menggunakan bantuan microwave dengan daya 200 Watt. Hasil sintesis masing-masing metode dilanjutkan dengan uji kemurnian yang meliputi uji kromatografi lapis tipis (KLT) dan uji titik leleh, serta identifikasi struktur ditunjukkan dari data spektroskopi UV dan spektrofotometri Inframerah (IR). Hasil dari penelitian ini didapatkan persentase rata-rata hasil sintesis 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional sebesar 93,7% dan dengan metode iradiasi gelombang mikro sebesar 90,2%. Dapat disimpulkan bahwa metode konvensional lebih efisien daripada metode iradiasi gelombang mikro.

Kata kunci: 3,4-dimetoksibenzaldehida, 2,5-bis-(3',4'dimetoksibenziliden)siklopentanon, metode konvensional, iradiasi gelombang mikro

ABSTRACT

COMPARISON OF THE SYNTHESIS OF 2,5-BIS-(3,4-DIMETHOXYBENZYLIDENE)CYCLOPENTANONE USING CONVENTIONAL METHODS AND MICROWAVE IRRADIATION ASSISTANCE

**LADY L.D.S.BUDI
2443017028**

Curcumin analogues can be synthesized from benzaldehyde and ketone derivatives through cross-alcohol condensation. This study aims to compare the efficiency of the two methods for the synthesis of 2,5-bis-(3,4-dimethoxybenzylidene)cyclopentanone in terms of yield. In this research, the synthesis of 2,5-bis-(3,4-dimethoxybenzylidene)cyclopentanone compounds were synthesized using conventional methods, and microwave irradiation assisted techniques. The conventional process is carried out with the help of a magnetic stirrer at room temperature. In addition to the traditional way, synthesis was also carried out using the microwave irradiation method using the service of a microwave with a power of 200 Watts. The synthesis results of each process were followed by purity tests which included thin layer chromatography (T.L.C.) and melting point tests, as well as identification of the structure shown from U.V. spectroscopy and Infrared (I.R.) spectrophotometer data. This study showed the average percentage of 2,5-bis-(3,4-dimethoxybenzylidene) cyclopentanone synthesis by the conventional method was 93.7%, and by microwave, irrigation method was 90.2%. It can be concluded that the traditional process is more efficient than the microwave irrigation method.

Keywords: 3,4-dimethoxybenzaldehyde, 2,5-bis-(3,4-dimethoxybenzylidene)cyclopentanone, conventional method, microwave irradiation

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Perbandingan Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden) siklopantanon dengan menggunakan Metode Konvensional dan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro”**. Penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, tempat penulis menimba ilmu selama empat tahun belakangan. Pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam melakukan penelitian serta penulisan skripsi ini, kepada:

1. Bapak Drs. apt. Kuncoro Foe, Ph.D., G.Dip.Sc., selaku Rektor, Ibu apt. Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D., selaku Dekan, dan Bapak apt. Diga Albrian Setiadi, S.Farm., M.Farm., selaku Ketua Program Studi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah menyediakan fasilitas untuk pelaksanaan penelitian sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
2. apt. Sumi Wijaya. S, Si., Ph.D. selaku Dekan, dan apt. Diga Albrian Setiadi, S.Farm., M.Farm. selaku Kaprodi Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya
3. Prof. Dr. apt. Tutuk Budiatni, MS., selaku Pembimbing I dan Prof. Dr. apt. J.S. Ami Soewandi, selaku Pembimbing II yang telah memberikan ilmu dan arahan selama pelaksanaan penelitian ini dari awal hingga akhir.
4. Ibu Dra. apt. Emi Sukarti, M.Si., dan Ibu apt. Caroline, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji yang telah memberikan kritik dan saran berarti bagi pengembangan penulisan skripsi ini.

5. Bapak Drs. apt. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., selaku Penasehat Akademik yang telah membantu persoalan-persoalan selama kuliah berlangsung, serta memberikan arahan dan bimbingan selama perkuliahan.
6. Seluruh staf laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah membantu selama pelaksanaan penelitian berlangsung.
7. Kedua orang tua serta keluarga yang telah memberikan doa, motivasi, kepercayaan, dan dukungan selama awal perkuliahan hingga penyusunan skripsi.
8. Febrian Sadewa yang selalu mendukung, menyemangati juga memberikan masukan serta motivasi yang membantu penulis dalam pembuatan skripsi.
9. Rekan-rekan angkatan 2017 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya rekan-rekan penelitian yang telah bekerja sama dalam penelitian selama ini.
10. Teman-teman seperjuangan (Wachida, Riska, Lindra, Retno, Lina, Agni, Vania, Rizcha) yang selalu saling menyemangati untuk selalu dan terus berusaha, memberi dorongan dan nasehat satu sama lain.
11. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung selama penelitian dan penulisan skripsi ini.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan, maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Penulis sangat mengharapkan kritik dan saran agar naskah skripsi ini dapat lebih disempurnakan. Akhir kata, penulis berharap semoga Tuhan Yang Maha Esa berkenan untuk membalas segala kebaikan

pihak-pihak yang senantiasa membantu. Semoga penelitian ini membawa manfaat terutama bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Surabaya, 02 Agustus 2021

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	.i
<i>ABSTRACT</i>	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Hipotesis Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Tinjauan tentang Kurkumin	6
2.2 Tinjauan tentang Mekanisme Reaksi Sintesis Organik	9
2.2.1 Kondensasi Aldol	9
2.2.2 Kondensasi Aldol Silang	10
2.2.3 Kondensasi Claisen-schmidt	11
2.3 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis 2,5- dibenzildensiklopantanon beserta Turunannya	11
2.4 Tinjauan tentang Rekrystalisasi	13
2.5 Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	14

Halaman

2.5.1	Uji Kromatografi Lapis Tipis	14
2.5.2	Uji Titik Leleh.....	15
2.6	Tinjauan tentang Uji Identifikasi Senyawa	16
2.6.1	Uji Spektrofotometri Inframerah (IR)	16
2.6.2	Uji Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (1H – NMR)	17
2.7	Tinjauan tentang Senyawa untuk Sintesis	17
2.7.1	Benzaldehida	17
2.7.2	Siklopentanon.....	18
2.7.3	3,4-Dimetoksibenzaldehida.....	18
2.7.4	2,5-Bis-(3,4-Dimetoksibenziliden)Siklopentanon	18
BAB 3. METODE PENELITIAN		19
3.1	Jenis Penelitian.....	19
3.2	Alat dan Bahan Penelitian.....	19
3.2.1	Alat Penelitian.....	19
3.2.2	Bahan Penelitian.....	19
3.3	Metodologi Penelitian	20
3.4	Tahapan Penelitian.....	20
3.5	Metode Penelitian	21
3.5.1	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Iradiasi Gelombang Mikro	21

Halaman

3.5.2	Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Iradiasi Gelombang Mikro pada Kondisi Optimum Terpilih	22
3.5.3	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Cara Konvensional.....	22
3.5.4	Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Cara Konvensional pada Kondisi Optimum Terpilih	24
3.6	Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	24
3.6.1	Uji Kromatografi Lapis Tipis	24
3.6.2	Uji Titik Leleh.....	25
3.7	Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	26
3.7.1	Identifikasi Struktur dengan Spektrofotometer Inframerah	26
3.7.2	Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi UV	26
3.7.3	Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti	26
3.8	Analisis Data	27
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1	Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan Iradiasi Gelombang Mikro	28
4.1.1	Penentuan Kondisi Optimum	28
4.1.2	Hasil Sintesis pada Kondisi Optimum	30

Halaman

4.2	Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan Metode Konvensional	31
4.2.1	Penentuan Kondisi Optimum.....	31
4.2.2	Hasil Sintesis pada Kondisi Optimum.....	32
4.3	Uji Kemurnian Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon	33
4.3.1	Uji Organoleptis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon	33
4.3.2	Uji Penentuan Titik Leleh Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon	36
4.4	Identifikasi Struktur Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon	37
4.4.1	Uji Identifikasi Struktur Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan Menggunakan Spektrofotometer Ultra Violet (UV/VIS).....	37
4.4.2	Uji Identifikasi Struktur Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan Menggunakan Spektrofotometer Inframerah (IR).....	38
4.4.3	Uji Identifikasi Struktur Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopentanon dengan Menggunakan Resonansi Magnetic Inti (RMI)	40

Halaman

4.5	Analisis Data Spektra.....	42
4.6	Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenzaliden)siklopantanon pada Metode Konvensional dan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	43
	BAB 5. KESIMPULAN	45
5.1	Kesimpulan.....	45
5.2	Saran	45
	DAFTAR PUSTAKA	46
	Lampiran	50

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Data Hasil Optimasi Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon pada 600 watt dan 200 watt	29
Tabel 4.2 Perhitungan Rendemen Hasil sintesis 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon.....	30
Tabel 4.3 Data Hasil Optimasi Sintesis 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon.....	31
Tabel 4.4 Perhitungan Rendemen Hasil Sintesis 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon.....	33
Tabel 4.5 Data KLT Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon.....	35
Tabel 4.6 Data Titik Leleh Hasil Sintesis 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon.....	37
Tabel 4.7 Interpretasi Data Spektrum IR Senyawa 3,4 dimetoksi dan 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon.....	39
Tabel 4.8 Interpretasi Data Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon	41
Tabel 4.9 Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksi benziliden)siklopantanon.....	44

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1 Struktur Kurkumin	2
Gambar 2.1 Struktur Tetrahidrokurkumin.....	7
Gambar 2.2 Struktur Pentagamavunon-0	8
Gambar 2.3 Struktur Tetrahidropentagamavunon	9
Gambar 2.4 Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol	10
Gambar 2.5 Reaksi Kondensasi Aldol Silang pada Benzaldehida dan 2-metilheksanon	11
Gambar 2.6 Struktur 3,4-dimetoksibenzaldehida.....	18
Gambar 2.7 Struktur 2,5-bis-(3,4- dimetoksibenziliden)siklopantanone	18
Gambar 4.1 Kristal Senyawa 2,5-bis-(3,4- dimetoksibenziliden)siklopantanone	29
Gambar 4.2 Hasil Uji KLT <i>Sampling</i> Sintesis Senyawa 2,5- bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanone	29
Gambar 4.3 Kristal Senyawa 2,5-bis-(3,4- dimetoksibenziliden)siklopantanone	31
Gambar 4.4 Hasil Uji KLT Sampling Sintesis Senyawa 2,5- bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanone	32
Gambar 4.5 Data KLT Senyawa 2,5-bis-(3,4- dimetoksibenziliden)siklopantanone dengan Ketiga Eluen yang Berbeda Kepolarannya.....	36
Gambar 4.6 Spektrum UV 2,5-bis-(3,4- dimetoksibenziliden)siklopantanone dalam Pelarut Etanol dengan Metode Konvensional.....	37
Gambar 4.7 Spektrum UV 2,5-bis-(3,4- dimetoksibenziliden)siklopantanone dalam Pelarut Etanol dengan Metode Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	38
Gambar 4.8 Spektrum UV 3,4-dimetoksibenzaldehida dalam Pelarut Etanol	38

Halaman

Gambar 4.9 Spektrum IR 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon dengan UATR Metode Konvensional.....	39
Gambar 4.10 Spektrum IR 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopantanon dengan UATR metode Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	39
Gambar 4.11 Spektrum IR 3,4-dimetoksibenzaldehida dengan UATR	40
Gambar 4.12 Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksi benziliden)siklopantanon	42

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A Skema Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon Metode Konvensional.....	51
Lampiran B Skema Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon Metode Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	52
Lampiran C Perhitungan Teoritis Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon	53
Lampiran D Spektrum UV Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon Menggunakan Metode Konvensional dan Metode Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	54
Lampiran E Spektrum Inframerah Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon Menggunakan Metode konvensional dan Metode Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro dan <i>Overlay</i>	55
Lampiran F Perbesaran Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksi benziliden)siklopentanon	56
Lampiran G Perbesaran Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-bis-dibenzilidensiklopentanon dan 2,5-bis-(3,4-dimetoksi benziliden)siklopentanon dengan Program <i>Mnova</i>	57