

**SINTESIS 2,5-BIS-(3',4'-DIMETOKSIBENZILIDEN)
SIKLOPENTANON DARI 3,4-DIMETOKSI
BENZALDEHID DAN SIKLOPENTANON
DENGAN BANTUAN IRADIASI
GELOMBANG MIKRO**



LINA KUSUMA DEWANTI

2443017011

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2021

**SINTESIS 2,5-BIS-(3',4'-DIMETOKSIBENZILIDEN)
SIKLOPENTANON DARI 3,4-DIMETOKSIBENZALDEHID DAN
SIKLOPENTANON DENGAN 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:

LINA KUSUMA DEWANTI

2443017011

Telah disetujui pada tanggal 06 Mei 2021 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



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

Pembimbing II



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

Mengetahui,
Ketua Penguji



(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: **Sintesis 2,5-Bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon dari 3,4-dimetoksibenzaldehid dan Siklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta. Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan semestinya.

Surabaya, 07 Mei 2021



Lina Kusuma Dewanti

2443017011

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, 07 Mei 2021



Lina Kusuma Dewanti
2443017011

ABSTRAK

SINTESIS 2,5-BIS-(3',4'-DIMETOKSIBENZILIDEN) SIKLOPENTANON DARI 3,4-DIMETOKSIBENZALDEHID DAN SIKLOPENTANON DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

LINA KUSUMA DEWANTI
2443017011

Analog kurkumin merupakan senyawa yang dapat disintesis dari turunan benzaldehida dan keton melalui kondensasi aldol silang. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon untuk mengetahui pengaruh gugus dimetoksi pada 3,4-dimetoksi benzaldehida yang akan dibandingkan dengan 2,5-dibenzilidensiklopentanon. Sintesis 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon dan 2,5-dibenzilidensiklopentanon dilakukan pada kondisi yang sama menggunakan bantuan iradiasi gelombang mikro dengan daya 600 watt (P30) selama 30 detik. Kemurnian senyawa hasil sintesis ditunjukkan dari data kromatografi lapis tipis (KLT) dan titik leleh. Identifikasi struktur berdasarkan data spektroskopi UV, spektrofotometer Inframerah (IR), dan RMI-¹H. Hasil dari penelitian ini didapatkan persentase rata-rata hasil sintesis 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon sebesar $98,58 \pm 1,31\%$ dan 2,5-dibenzilidensiklopentanon sebesar $90,28 \pm 9,6\%$. Dapat disimpulkan bahwa adanya substituen dimetoksi posisi 3,4 pada benzaldehida mempermudah jalannya reaksi sehingga meningkatkan rendemen hasil sintesis.

Kata kunci: Kondensasi aldol silang, iradiasi gelombang mikro, 3,4-dimetoksibenzaldehida, 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF 2,5-BIS-(3,4'-DIMETHOXYBENZYLIDEN) CYCLOPENTANONE FROM 3,4-DIMETHOXYBENZALDEHYDE AND CYCLOPENTANONE BY MICROWAVE IRRADIATION

**LINA KUSUMA DEWANTI
2443017011**

Curcumin analogues are compounds that can be synthesized from benzaldehyde derivatives and ketone via cross aldol condensation. In this study, the compound 2,5-bis-(3',4'-dimethoxybenziliden)cyclopentanone was synthesized to determine the effect of the dimethoxy group on 3,4-dimethoxybenzaldehyde which would be compared with 2,5-dibenziliden siclopentanone. The synthesis of 2,5-bis-(3',4'-dimethoxybenziliden) cyclopentanone and 2,5-dibenzilidencyclopentanone is carried out under the same conditions with the help of microwave irradiation at 600 watts (P30) for 30 seconds. The purity of the synthesis compounds were shown from the data of thin layer chromatography (TLC) and melting point. Identification of structure was shown from UV spectroscopy, Infrared (IR) spectrophotometer, and ¹H-NMR. The yield of 2,5-bis-(3',4'-dimethoxybenziliden)cyclo pentanone synthesis were 98,58±1,31% and 2,5-dibenzilidencyclopentanone synthesis were 90,28±9,6%. It can be concluded that the presence of methoxy group at 3,4 position on benzaldehyde facilitate the way of this reaction so increase the yield.

Keywords: Cross aldol condensation, microwave irradiation, 3,4-dimethoxybenzaldehyde, 2,5-bis-(3',4'-dimethoxybenziliden) cyclopentanone.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul Sintesis 2,5-Bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon dari 3,4-dimetoksibenzaldehyd dan Siklopentanon dengan 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. Dalam melakukan penelitian serta penulisan skripsi ini, penulis mendapat banyak pengetahuan, bantuan, masukan, saran dan kritik, serta dukungan yang luar biasa, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih sebanyak-banyaknya kepada:

1. apt. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. apt. Sumi Wijaya, Ph.D. selaku Dekan dan 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.
3. Prof. Dr. apt. Tutuk Budiati, 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, serta apt. Dra. Emi Sukarti, M.Si. dan Dr. F.V. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji yang telah memberikan kritik dan saran berarti bagi pengembangan penulisan skripsi ini.
4. apt. Drs. 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.

5. Kedua orang tua serta keluarga yang telah memberikan doa, motivasi, kepercayaan, dan dukungan selama awal perkuliahan hingga penyusunan skripsi.
6. Seluruh staf laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, terutama Pak Heri selaku laboran di Laboratorium Kimia Organik, Bu Evy selaku laboran di Laboratorium Bioanalisis dan Pak Dwi selaku laboran di Laboratorium Penelitian yang telah membantu selama pelaksanaan penelitian berlangsung.
7. Rekan-rekan angkatan 2017 Fakukas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya rekan-rekan sepenelitian yang telah bekerja sama dalam penelitian selama ini.
8. 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, 9 Maret 2021

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
<i>ABSTRACT</i>	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Hipotesa penelitian	7
1.5 Manfaat penelitian	7
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Tinjauan tentang Kurkumin.....	8
2.2 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis Organik.....	11
2.2.1 Kondensasi Aldol.....	11
2.2.2 Kondensasi Aldol silang.....	12
2.2.3 Kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i>	13
2.3 Tinjauan tentang 2,5-dibenzilidenesiklopentanon	14
2.3.1 Reaksi Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidenesiklopentanon ...	14
2.3.2 Pengaruh Gugus Dimetoksi pada 3,4-dimetoksi benzaldehida.....	15

	Halaman
2.4	Macam-Macam Metode Sintesis 2,5-dibenzilidenesiklopentanon .. 16
2.5	Tinjauan tentang Iradiasi Gelombang Mikro..... 18
2.6	Tinjauan tentang Rekristalisasi..... 19
2.7	Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis 20
	2.7.1 Uji Kromatografi Lapis Tipis 20
	2.7.2 Uji Titik Leleh..... 20
2.8	Tinjauan tentang Identifikasi Senyawa..... 21
	2.8.1 Spektrofotometri UV-Vis 21
	2.8.2 Spektrofotometri Inframerah (IR) 22
	2.8.3 Spektroskopi Resonansi Magnet Inti 22
2.9	Tinjauan tentang Senyawa untuk Sintesis 23
	2.9.1 Benzaldehida 23
	2.9.2 3,4-dimetoksibenzaldehida..... 24
	2.9.3 Siklopentanon..... 24
	2.9.4 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon 25
BAB 3 METODE PENELITIAN 26	
3.1	Jenis Penelitian 26
3.2	Alat dan Bahan Penelitian 26
	3.2.1 Alat Penelitian..... 26
	3.2.2 Bahan Penelitian..... 26
3.3	Metodologi Penelitian 27
3.4	Tahapan Penelitian 27
3.5	Metode Penelitian..... 28
	3.5.1 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5- dibenzilidensiklopentanon dengan bantuan Iradiasi Gelombang Mikro 28

	Halaman
3.5.2 Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro pada Kondisi Optimum terpilih	30
3.5.3 Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro pada Kondisi Reaksi Optimum yang sama.....	31
3.6 Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	31
3.6.1 Uji Kromatografi Lapis Tipis	31
3.6.2 Uji Titik Leleh.....	32
3.7 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....	32
3.7.1 Identifikasi dengan Spektrofotometer Inframerah.....	32
3.7.2 Identifikasi dengan Spektroskopi UV	32
3.7.3 Identifikasi dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti .	32
3.8 Analisis Data	33
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Sintesis 2,5-dibenzilidensiklopentanon	34
4.1.1 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	34
4.1.2 Hasil Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon pada Kondisi Reaksi Optimum	36
4.1.3 Uji Kemurnian Hasil Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon	38
4.1.4 Identifikasi Struktur Senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon	40
4.1.5 Analisis Spektra Hasil Pengujian Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....	45
4.2 Sintesis 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon	46
4.2.1 Hasil Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon pada Kondisi Reaksi Optimum	46

	Halaman
4.2.2 Uji Kemurnian Hasil Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3',4'- dimetoksibenziliden) siklopentanon	47
4.2.3 Identifikasi Struktur Senyawa 2,5-bis-(3',4'- dimetoksibenziliden) siklopentanon	49
4.2.4 Analisis Spektra Hasil Pengujian Sintesis Senyawa 2,5-bis- (3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon.....	55
4.3 Pengaruh Gugus Dimetoksi terhadap Sintesis 2,5-bis-(3',4'- dimetoksibenziliden)siklopentanon	56
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	59
5.1 Kesimpulan.....	59
5.2 Saran.....	59
DAFTAR PUSTAKA	60
LAMPIRAN	63

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1	Parameter kondisi optimum sintesis29
Tabel 4.1	Data hasil optimasi kondisi sintesis senyawa senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....36
Tabel 4.2	Hasil rendemen sintesis senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon37
Tabel 4.3	Data uji KLT senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon39
Tabel 4.4	Data titik leleh hasil sintesis senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon40
Tabel 4.5	Interpretasi data spektrum IR senyawa benzaldehida dan 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....43
Tabel 4.6	Interpretasi data spektrum RMI- ¹ H senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....44
Tabel 4.7	Hasil rendemen sintesis senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksi benziliden)siklopentanon.....47
Tabel 4.8	Data uji KLT senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon48
Tabel 4.9	Data titik leleh hasil sintesis senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon49
Tabel 4.10	Interpretasi data spektrum IR senyawa 3,4-dimetoksi benzaldehida dan 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon53
Tabel 4.11	Interpretasi data spektrum RMI- ¹ H senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon54
Tabel 4.12	Data persentase senyawa hasil sintesis57

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1 Struktur kurkumin	2
Gambar 1.2 Struktur 2,5-dibenzilidensiklopentanon (a) dan 2,5-bis-(3',4'- dimetoksibenziliden)siklopentanon	4
Gambar 2.1 Struktur kurkumin	8
Gambar 2.2 Struktur pentagamavunon-0	9
Gambar 2.3 Struktur gamavuton-0.....	10
Gambar 2.4 Struktur tetrahidropentagamavunon-0.....	10
Gambar 2.5 Struktur 2,5-dibenzilidensiklopentanon	11
Gambar 2.6 Mekanisme reaksi kondensasi aldol dengan katalis basa	12
Gambar 2.7 Mekanisme reaksi kondensasi aldol silang.....	13
Gambar 2.8 Reaksi <i>Claisen Schmidt</i>	13
Gambar 2.9 Reaksi kondensasi benzaldehid dan siklopentanon	14
Gambar 2.10 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon	15
Gambar 2.11 Senyawa benzaldehida	23
Gambar 2.12 Senyawa 3,4-dimetoksibenzaldehida	24
Gambar 2.13 Senyawa siklopentanon	24
Gambar 2.14 Senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon ...	25
Gambar 2.15 Spektrum inframerah senyawa 2,5-bis-(3,4-dimetoksi benziliden)siklopentanon	25
Gambar 4.1 Hasil uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon	35
Gambar 4.2 Kristal senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon	37
Gambar 4.3 Data KLT senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon dengan tiga eluen yang berbeda kepolarannya.....	39

Halaman

Gambar 4.4	Spektrum UV 2,5-dibenzilidensiklopentanon dalam pelarut etanol.....	41
Gambar 4.5	Spektrum UV benzaldehida dalam pelarut etanol.....	41
Gambar 4.6	Perbandingan sistem terkonjugasi senyawa (a) benzaldehida; (b) 2,5-dibenzilidensiklopentanon	41
Gambar 4.7	Spektrum IR 2,5-dibenzilidensiklopentanon dengan metode UATR	42
Gambar 4.8	Spektrum IR benzaldehida dengan metode UATR.....	43
Gambar 4.9	Spektrum RMI- ¹ H senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon.....	44
Gambar 4.10	Struktur senyawa (2 <i>E</i> ,5 <i>E</i>)-dibenzilidensiklopentanon	45
Gambar 4.11	Kristal senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon.....	46
Gambar 4.12	Data KLT senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksi benziliden) siklopentanon dengan tiga eluen yang berbeda kepolarannya.....	48
Gambar 4.13	Spektrum UV 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon dalam pelarut etanol.....	50
Gambar 4.14	Spektrum UV 3,4-dimetoksibenzaldehida dalam pelarut etanol	50
Gambar 4.15	Perbandingan sistem terkonjugasi senyawa (a) 3,4-dimetoksibenzaldehida; (b) 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon.....	51
Gambar 4.16	Spektrum IR 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon dengan UATR.....	52
Gambar 4.17	Spektrum IR 3,4-dimetoksibenzaldehida dengan UATR.....	52
Gambar 4.18	Spektrum RMI- ¹ H senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksi benziliden)siklopentanon.....	54
Gambar 4.19	Struktur senyawa (2 <i>E</i> ,5 <i>E</i>)-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon.....	56
Gambar 4.20	Mekanisme reaksi pembentukan 2,5-bis-(3',4'-dimetoksi benziliden)siklopentanon.....	56
Gambar 4.21	Efek resonansi substituen dimetoksi dari 3,4-dimetoksi benzaldehida.....	58

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A Skema Sintesis Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	63
Lampiran B Skema Sintesis Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksi benziliden)siklopentanon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	64
Lampiran C Perhitungan Berat Teoritis Senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon	65
Lampiran D Perhitungan Berat Teoritis Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon	66
Lampiran E Spektrum UV Senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon dan Senyawa Benzaldehida.....	67
Lampiran F Spektrum UV Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon dan Senyawa 3,4-dimetoksi benzaldehida....	68
Lampiran G Spektrum Inframerah Senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon, Benzaldehida, dan <i>Overlay</i>	69
Lampiran H Spektrum Inframerah Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksi benziliden)siklopentanon, 3,4-dimetoksibenzaldehida, dan <i>Overlay</i>	70
Lampiran I Perbesaran Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon	71
Lampiran J Perbesaran Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden)siklopentanon	72
Lampiran K Analisis Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon dan 2,5-bis-(3',4'-dimetoksibenziliden) siklopentanon dengan Program <i>Mnova</i>	73