

**PERBANDINGAN METODE SECARA
KONVENSIONAL DAN DENGAN BANTUAN IRADIASI
GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS SENYAWA
2,5-BIS-(4-DIMETILAMINO
BENZILIDEN)SIKLOPENTANON**



RETNO SETIYORINI

2443017001

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2021

**PERBANDINGAN METODE SECARA KONVENSIONAL DAN
DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA
SINTESIS SENYAWA 2,5-BIS-(4-
DIMETILAMINO BENZILIDEN)SIKLOPENTANON**

SKRIPSI

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

OLEH:

RETNO SETIYORINI

2443017001

Telah disetujui pada tanggal 12 Januari 2022 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Prof. Dr. apt. Tutuk Budiati, M.S.
NIK. 241.18.0996

Pembimbing II,



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

Mengetahui,
Ketua Penguji



(Dra.apt.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 Metode Secara Konvensional Dan Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro Pada Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon”** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta. Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan semestinya.

Surabaya, 7 Desember 2021



Retno Setiyorini

2443017001

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, 7 Desember 2021



Retno Setiyorini

2443017001

ABSTRAK

PERBANDINGAN METODE SECARA KONVENSIONAL DAN DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS SENYAWA 2,5-BIS-(4-DIMETILAMINOBENZILIDEN)SIKLOPENTANON

RETNO SETIYORINI
2443017001

Senyawa dari 2,5-bis-(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon merupakan salah satu senyawa turunan kurkumin yang dapat disintesis dari 4-dimetilaminobenzaldehida dan siklopentanon dengan katalis basa NaOH 10% melalui kondensasi aldol silang. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis senyawa 2,5-bis-(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon untuk membandingkan kedua metode digunakan sintesis yaitu metode konvensional serta metode dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. Untuk kemurnian hasil sintesis senyawa ditunjukkan dengan data Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan titik leleh. Identifikasi struktur ditunjukkan dengan data spektroskopi UV, spektroskopi Inframerah (IR), dan RMI-¹H. Hasil dari penelitian ini didapatkan persentase rata-rata hasil sintesis 2,5-bis-(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional sebesar 90,66 % dalam 90 menit dan metode iradiasi gelombang mikro sebesar 92,3 % dalam (P30) selama 30 detik. Dapat disimpulkan bahwa metode iradiasi gelombang mikro lebih baik dikarenakan hasil randemen paling besar dan juga mempersingkat waktu untuk sintesis dibandingkan dengan metode konvensional.

Kata kunci: kondensasi aldol silang, iradiasi gelombang mikro, konvensional, 4-dimetilaminobenzaldehida, 2,5-bis-(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.

ABSTRACT

COMPARISON OF CONVENTIONAL METHODS AND MICROWAVE IRRADIATION IN THE SYNTHESIS OF COMPOUNDS 2,5-BIS-(4-DIMETHYLAMINOBENZYLIDENE)CYCLOPENTANONE

**RETNO SETIYORINI
2443017001**

2,5-*bis*-(4-dimethylaminobenzyliden)cyclopentanone is a derivative of curcumin that can be synthesized from 4-dimethylaminobenzaldehyde and cyclopentanone with 10% NaOH as a base catalyst through cross aldol condensation. In this research, 2,5-*bis*-(4-dimethylaminobenzyliden)cyclopentanone was synthesized to compare the two synthesis methods, namely the conventional method and the method with the help of microwave irradiation. The purity of the synthesized compounds is indicated by Thin Layer Chromatography (TLC) and melting point data. Identification of the structure is shown by UV spectroscopy, Infrared (IR) spectroscopy, and RMI-¹H data. The results of this study obtained the average percentage of the synthesis of 2,5-*bis*-(4-dimethylaminobenzyliden)cyclopentanone by the conventional method of 90,66% in 90 minutes and the microwave irradiation method of 92.3% in (P30) for 30 seconds. It can be concluded that the microwave irradiation method is better because it gets the largest yield and also shortens the time for synthesis compared to the conventional method.

Keywords : Cross aldol condensation, microwave irradiation, conventional, 4-dimetilaminobenzaldehyde, 2,5-*bis*-(4-dimethylaminobenzyliden)cyclopentanone.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul Perbandingan Metode Secara Konvensional dan dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro Pada Sintesis Senyawa 2,5-bis-(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon. 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. 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. 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.
3. 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.

4. 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.
5. Seluruh staf laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah membantu selama pelaksanaan penelitian berlangsung.
6. Kedua orang tua serta keluarga yang telah memberikan doa, motivasi, kepercayaan, dan dukungan selama awal perkuliahan hingga penyusunan skripsi.
7. Sahabat yang selalu mendukung Risa, Agita, Nia, Hilda, Fitri, Bidari, Yusvira menyemangati juga memberikan masukan serta motivasi yang membantu penulis dalam pembuatan skripsi.
8. Rekan-rekan angkatan 2017 dan 2018 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya rekan-rekan penelitian yang telah bekerja sama dalam penelitian selama ini.
9. Tri Dharma Biyantoro dan Yayan Sunyana yang selalu mendukung, menyemangati juga memberikan masukan serta motivasi yang membantu penulis dalam pembuatan skripsi.
10. Teman-teman seperjuangan (Rizcha, Lindra, Lady, Lina, Rini, Agni, Vania, Farrel, Nando, Christy) 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, 7 Desember 2021

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	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 gugus dimetil amino.....	8
2.2 Tinjauan tentang reaksi organik.....	8
2.3 Tinjauan Tentang Adisi Nukleofilik Pada Gugus Karbonil.....	9
2.3.1 Adisi nukleofilik pada karbonil.....	9
2.3.2 Kondensasi aldol.....	10
2.3.2 Kondensasi aldol silang	11
2.4 Tinjauan tentang turunan dibenzilidensiklopentanon.....	12
2.4.1 Reaksi sintesis senyawa 2,5-dibenzilidensiklopentanon....	12
2.4.2 Reaksi sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon.....	14

	Halaman
2.4.3	Metode konvensional 15
2.4.4	Metode iradiasi gelombang mikro 16
2,5	Tinjauan Tentang Metode Sintesis 2,5- <i>bis</i> (4-dimetilamonobenziliden)siklopentanon 18
2,5.1	Metode konvensional 18
2,5.2	Metode iradiasi gelombang mikro 19
2.6	Tinjauan tentang rekristalisasi 20
2.7	Tinjauan tentang uji kemurnian hasil sintesis 22
2.7.1	Uji kromatografi lapis tipis 22
2.7.2	Uji titik leleh 24
2.8	Tinjauan tentang identifikasi senyawa 24
2.8.1	Tinjauan spektroskopi ultraviolet dan sinar tampak (UV-Vis) 26
2.8.2	Tinjauan spektrofotometri inframerah (IR) 26
2.8.3	Tinjauan Spektroskopi resonansi magnetik inti (NMR) 27
2.9	Tinjauan tentang bahan kimia 28
2.9.1	Benzaldehid 28
2.9.2	Siklopentanon 29
2.9.3	4-dimetilaminobenzaldehid 29
2.9.4	Etanol 30
2.9.5	Natrium Hidroksida (NaOH) 30
2.9.6	2,5- <i>bis</i> (4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon 30
BAB 3 METODE PENELITIAN 32	
3.1	Jenis Penelitian 32
3.2	Alat dan Bahan Penelitian 32
3.2.1	Alat Penelitian 32

	Halaman
3.2.2 Bahan Penelitian	32
3.3 Metodologi penelitian	33
3.4 Cara kerja	33
3.4.1 Sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon pada metode cara kerja konvensional	33
3.4.1.1 Penentuan kondisi optimum	33
3.4.1.2 Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Dimetilaminobenziliden) Siklopentanon	35
3.4.2 Sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	35
3.4.2.1 Penentuan kondisi optimum sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	35
3.5 Uji Kemurnian Hasil Sintesis.....	37
3.5.1 Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	37
3.5.2 Uji Titik Leleh	37
3.6 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	38
3.6.1 Identifikasi Dengan Infra Merah (IR)	38
3.6.2 Identifikasi Spektrofotometer Ultra Violet (UV-Vis).....	38
3.6.3 Identifikasi Dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (NMR).....	38
3.7 Analisis Data	39
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	40
4.1 Sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon dengan metode konvensional	40
4.1.1 Penentuan kondisi optimum.....	40
4.1.2 Sintesis senyawa pada kondisi optimum terpilih	41

	Halaman
4.2	Sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro 43
4.2.1	Penentuan kondisi optimum 43
4.2.2	Sintesis senyawa pada kondisi optimum terpilih 44
4.3	Analisa hasil sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon 46
4.3.1	Uji organoleptis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon..... 46
4.3.2	Uji kromatografi lapis tipis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon) 46
4.3.3	Uji titik leleh senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon 49
4.4	Uji identifikasi struktur senyawa senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon 50
4.4.1	Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer Ultra Violet (UV/Vis) 50
4.4.2	Identifikasi dengan infra merah (IR) 52
4.4.3	Identifikasi dengan spektroskopi resonansi magnetik inti (RMI) 53
4.5.	Analisis Data Spektra 55
4.6.	Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden) siklopentanon Pada Metode Konvensional dan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro..... 57
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN 59	
5.1	Kesimpulan 59
5.2	Saran..... 59
DAFTAR PUSTAKA 60	
LAMPIRAN 63	

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1	Data hasil optimasi sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional.....40
Tabel 4.2	Perhitungan rendemen hasil sintesis 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional.....42
Tabel 4.3	Data hasil optimasi sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode iradiasi gelombang mikro.....43
Tabel 4.4	Perhitungan rendemen hasil sintesis 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode iradiasi gelombang mikro.....45
Tabel 4.5	Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon pada metode konvensional.....48
Tabel 4.6	Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon pada metode iradiasi gelombang mikro.....49
Tabel 4.7	Data Titik Leleh Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode konvensional.....50
Tabel 4.8	Data Titik Leleh Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode iradiasi gelombang mikro.....50
Tabel 4.9	Interpretasi data Spektrum Infra Merah Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....53
Tabel 4.10	Interpretasi data spektrum RMI- -1 H sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....54
Tabel 4.11	Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa 2,5-Bis-(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon.....57

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1	(a) struktur kurkumin, (b) struktur 2,5- <i>bis</i> -benzilidensiklopentanon.....3
Gambar 1.2	Struktur senyawa (2,5)-dibenzilidensiklopentanon.....4
Gambar 2.1	(a) Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol; (b) Reaksi Dehidrasi pada produk reaksi aldol (McMurry, 2016).....11
Gambar 2.2	Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol Silang (McMurry, 2016).....12
Gambar 2.3	Reaksi kondensasi benzaldehid dan siklopentanon.....13
Gambar 2.4	Struktur Benzaldehida.....29
Gambar 2.5	Struktur Siklopentanon.....30
Gambar 2.6	Struktur 4-dimetilaminobenzaldehid.....30
Gambar 2.7	Struktur 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....31
Gambar 4.1	Hasil uji KLT sampling sintesis 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....41
Gambar 4.2	Hasil sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional.....42
Gambar 4.3	Hasil uji KLT sampling sintesis 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode iradiasi gelombang mikro44
Gambar 4.4	Hasil uji KLT sampling sintesis 2,5- <i>bis</i> -(4-nitrobenziliden)siklopentanon46
Gambar 4.5	Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode konvensional.....48
Gambar 4.6	Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon metode iradiasi gelombang mikro.....49

Halaman

Gambar 4.7	Hasil Uji spektrofotometer UV/Vis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....	52
Gambar 4.8	Hasil Uji spektrofotometer UV/Vis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....	52
Gambar 4.9	Perbandingan sistem terkonjugasi senyawa 4-dimetilaminobenzaldehida (a), dan 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon(b).....	51
Gambar 4.10	Hasil Uji spektrofotometer IR Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....	52
Gambar 4.11	Hasil Uji spektrofotometer IR Senyawa 4-dimetilaminobenzaldehida.....	54
Gambar 4.12	Interpretasi data spektrum RMI- 1 H sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-dimetilaminobenziliden)siklopentanon.....	56

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Skema Penentuan Kondisi Optimum Sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Metode Konvensional.....	63
Lampiran 2 Skema Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Metode Konvensional.....	64
Lampiran 3 Skema Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Dengan Bantuan Iridiasi Gelombang Mikro	65
Lampiran 4 Skema Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Dengan Bantuan Iridiasi Gelombang Mikro.....	66
Lampiran 5 Perhitungan Berat Teoritis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon.....	67
Lampiran 6 Spektrum Uv Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Dan Senyawa 4-Dimetilaminobenzaldehida.....	68
Lampiran 7 Spektrum Inframerah Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon, 4-Dimetilaminobenzaldehida, Dan Overlay	69
Lampiran 8 Perbesaran Spektrum Rmi- ¹ H Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Dengan Program Mnova.....	70
Lampiran 9 2,5-Dibenzilidensiklopentanon Dan 2,5- <i>bis</i> -(4-Dimetilaminobenziliden)Siklopentanon Dengan Program Mnova.....	71