

**PENGARUH GUGUS KLORO PADA  
4-KLOROBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS  
ASAM 4-KLOROSINAMAT DENGAN METODE  
IRADIASI GELOMBANG MIKRO**



**PUTRI YULIANI PERTIWI**

**2443018135**

**PROGRAM STUDI S1**

**FAKULTAS FARMASI**

**UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA**

**2022**

**PENGARUH GUGUS KLORO PADA 4-KLOROBENZALDEHIDA  
TERHADAP SINTESIS ASAM 4-KLOROSINAMAT DENGAN  
METODE 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:**

**PUTRI YULIANI PERTIWI**

**2443018135**

Telah disetujui pada tanggal 07 Juni 2022 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



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

Pembimbing II,



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

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/karya ilmiah saya, dengan judul: **Pengaruh Gugus Kloro pada 4-klorobenzaldehida terhadap Sintesis Asam 4-klorosinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademi sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 07 Juni 2022



Handwritten signature of Putri Yuliani Pertiwi in blue ink.

Putri Yuliani Pertiwi  
2443018135

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 hasil Plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 07 Juni 2022



Putri Yuliani Pertiwi  
2443018135

## ABSTRAK

### **PENGARUH GUGUS KLOORO PADA 4-KLOOROBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS ASAM 4-KLOOROSINAMAT DENGAN METODE IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

**PUTRI YULIANI PERTIWI**  
**2443018135**

Asam sinamat dan asam 4-klorosinamat merupakan senyawa bahan alam yang terdapat dalam berbagai tanaman yang memiliki aktivitas farmakologis, salah-satunya sebagai antibakteri. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh gugus kloro pada 4-klorobenzaldehida terhadap sintesis senyawa asam 4-klorosinamat. Reaksi dilakukan berdasarkan reaksi kondensasi Knoevenagel dengan mereaksikan benzaldehida/4-klorobenzaldehida (5 mmol) dan asam malonat (5 mmol) dengan menggunakan amonium asetat (10 mmol) sebagai katalis dengan metode iradiasi gelombang mikro. Hasil sintesis diuji kemurniannya secara KLT dan titik leleh, kemudian identifikasi struktur secara spektroskopi UV-Vis, IR, dan <sup>1</sup>H-NMR. Hasil rendemen asam sinamat (serbuk putih kekuningan, TL. 132-133°C) adalah sebesar 81,91±2,50% pada kondisi reaksi 480 Watt selama 9 menit. Hasil rendemen asam 4-klorosinamat (serbuk putih ke, TL. 249-251°C) adalah sebesar 70,18±0,93% pada kondisi reaksi 480 Watt selama 13 menit. Dapat disimpulkan bahwa dengan adanya gugus kloro pada 4-klorobenzaldehida dapat memperlambat reaksi ditinjau dari lama waktu iradiasi untuk mensintesis asam 4-klorosinamat.

**Kata kunci:** asam sinamat, asam 4-klorosinamat, kondensasi Knoevenagel, iradiasi gelombang mikro, pengaruh gugus kloro

## *ABSTRACT*

### **EFFECT OF CHLORO GROUP OF 4-CHLOROBENZALDEYDE ON THE SYNTHESIS OF 4-CHLOROCINNAMIC ACID USING MICROWAVE IRRADIATION METHOD**

**PUTRI YULIANI PERTIWI**  
**2443018135**

Cinnamic acid and 4-chlorocinnamic acid are natural compounds found in various plants that have pharmacological activity, one of which is antibacterial. This study aims to determine the effect of the chloro group on 4-chlorobenzaldehyde on the synthesis of 4-chlorocinnamic acid compounds. The reaction was carried out based on the Knoevenagel condensation reaction by reacting benzaldehyde/4-chlorobenzaldehyde (5 mmol) and malonic acid (5 mmol) using ammonium acetate (10 mmol) as a catalyst by microwave irradiation method. The results of the synthesis were tested for purity by TLC and melting point, then structure identification by UV-Vis, IR, and <sup>1</sup>H-NMR spectroscopy. The yield of cinnamic acid (yellowish white powder, MP. 132-133°C) was 71.99±4.12% at 480 Watt reaction conditions for 9 minutes. The yield of 4-chlorocinnamic acid (white powder to, MP. 249-251°C) was 62.07±6.22% at 480 Watt reaction conditions for 13 minutes. It can be concluded that the presence of a chloro group in 4-chlorobenzaldehyde can slow down the reaction in terms of the length of irradiation time to synthesize 4-chlorocinnamic acid.

**Keywords:** cinnamic acid, 4-chlorocinnamic acid, Knoevenagel condensation, microwave irradiation method, chloro group effect

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur saya panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat, rahmat, kasih dan penyertaan-Nya yang diberikan kepada saya, sehingga saya dapat menyelesaikan penelitian skripsi yang berjudul **“Pengaruh Gugus Kloro pada 4-klorobenzaldehida terhadap Sintesis Asam 4-klorosinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro”** dengan baik. Penulisan skripsi ini ditujukan untuk memenuhi persyaratan guna memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik karena adanya bantuan, dukungan, dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dengan segala syukur saya ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. apt. Ami Soewandi J.S. selaku Dosen Pembimbing I dan Prof. Dr. apt. Tutuk Budiati, MS. selaku Dosen Pembimbing II yang sudah membimbing saya, memberikan saran, dan arahan sehingga membantu dalam proses pengerjaan penelitian skripsi ini,
2. Dra. apt. Emi Sukarti, M.Si. selaku Dosen Penguji I dan apt. Catherine Caroline, M. Si. selaku Dosen Penguji II yang telah banyak memberikan kritik dan saran-saran yang sangat berguna untuk perbaikan pengerjaan skripsi ini,
3. Drs. apt. Kuncoro Foe, G.Dip. Sc., Ph.D. selaku Rektor, apt. Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D. selaku Dekan, 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 hingga skripsi ini terselesaikan dengan baik,

4. Bapak Heri selaku laboran di laboratorium kimia organik, Bapak Dwi dan Bapak Ari selaku laboran di laboratorium penelitian, dan Ibu Evy selaku laboran di laboratorium bioanalisa yang telah membantu, menjaga, dan mengawasi selama menjalankan penelitian dilaboratorium,
5. Kedua orang tua saya dan adik saya yang selalu mendukung dan selalu mendoakan saya sejak awal sampai akhir penyusunan skripsi ini selesai dengan baik,
6. Teman-teman seperjuangan sintesis Asam Sinamat dan Dibenzalaseton yang sudah banyak membantu, memberikan masukan dan informasi terkait penelitian, serta memberi semangat selama proses penelitian,
7. Teman-teman “BUOBROK FAMILY” (Agatha, Tyas, Neny, Riri, dan Ulvita) yang tidak ada habisnya memberi saya dukungan dan semangat selama melakukan penelitian skripsi,
8. Teman-teman angkatan 2018 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya,
9. Semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu yang turut membantu dan mendukung penyelesaian skripsi ini.

Saya menyadari dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan, maupun pustaka yang ditinjau dalam penyusunan naskah skripsi ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bermanfaat dari pembaca sangat diperlukan untuk menyempurnakan skripsi ini. Akhir kata, semoga penelitian ini dapat memberikan manfaat dan berguna bagi kepentingan pembaca khususnya di bidang Kimia Organik.

Surabaya, 07 Juni 2022

Penulis



## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
ABSTRAK.....	i
<i>ABSTRACT</i> .....	ii
KATA PENGANTAR .....	iii
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR TABEL .....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
BAB 1. PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Hipotesa Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA .....	7
2.1 Tinjauan tentang Asam Sinamat.....	7
2.2 Tinjauan tentang Asam 4-klorosinamat.....	8
2.3 Tinjauan tentang Mekanisme Reaksi Sintesis Asam Sinamat dan Turunannya.....	10
2.3.1 Pembentukan Ion Enolat .....	10
2.3.2 Kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i> .....	11
2.3.3 Kondensasi Perkin.....	11
2.3.4 Kondensasi Knoevenagel .....	12
2.4 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis Asam Sinamat dan Turunannya.....	12
2.4.1 Reaksi Sintesis Asam Sinamat dan Turunannya .....	12

## Halaman

2.4.2	Pengaruh Gugus Kloro pada 4-klorobenzaldehida.....	14
2.5	Tinjauan Metode Sintesis Asam Sinamat dan Turunannya .....	15
2.6	Tinjauan Metode Sintesis Iradiasi Gelombang Mikro .....	19
2.6.1	Prinsip Kerja dan Mekanisme Iradiasi Gelombang Mikro.....	19
2.6.2	Keuntungan Sintesis dengan Iradiasi Gelombang Mikro.....	20
2.7	Tinjauan tentang Bahan untuk Sintesis .....	21
2.7.1	Benzaldehida .....	21
2.7.2	Asam malonat .....	21
2.7.3	Amonium asetat .....	22
2.7.4	4-klorobenzaldehida .....	22
2.8	Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis .....	23
2.8.1	Pengujian Titik Leleh .....	23
2.8.2	Uji Kromatografi Lapis Tipis .....	23
2.9	Tinjauan tentang Rekrystalisasi.....	25
2.10	Tinjauan tentang Uji Identifikasi Struktur Menggunakan Spektroskopi .....	27
2.10.1	Uji Spektroskopi UV-Vis .....	27
2.10.2	Uji Spektroskopi Infamerah (IR).....	28
2.10.3	Uji Spektroskopi <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> (NMR).....	30
BAB 3.	METODE PENELITIAN .....	32
3.1	Jenis Penelitian .....	32
3.2	Alat dan Bahan Penelitian .....	32
3.2.1	Alat Penelitian.....	32
3.2.2	Bahan Penelitian .....	32
3.3	Metodologi Penelitian .....	33

	<b>Halaman</b>
3.4 Tahapan Penelitian .....	33
3.5 Metode Penelitian.....	34
3.5.1 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Asam Sinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....	34
3.5.2 Sintesis Senyawa Asam Sinamat Berdasarkan Kondisi Optimum Terpilih .....	35
3.5.3 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Asam 4-klorosinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....	35
3.5.4 Sintesis Senyawa Asam 4-klorosinamat Berdasarkan Kondisi Optimum Terpilih .....	36
3.5.5 Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis.....	36
3.5.6 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis .....	37
3.6 Analisa Data .....	38
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>39</b>
4.1 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa Asam Sinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....	39
4.2 Sintesis Senyawa Asam Sinamat Berdasarkan Kondisi Optimum Terpilih.....	41
4.3 Identifikasi Kemurnian Hasil Sintesis Senyawa Asam Sinamat...	43
4.3.1 Uji Kemurnian Senyawa dengan Kromatografi Lapis Tipis .....	43
4.3.2 Uji Kemurnian Senyawa dengan Penentuan Titik Leleh .....	45
4.4 Identifikasi Struktur Hasil Sintesis Senyawa Asam Sinamat .....	46
4.4.1 Identifikasi Struktur Senyawa dengan Spektroskopi UV-Vis.....	46
4.4.2 Identifikasi Struktur Senyawa dengan Spektroskopi Inframerah.....	48

	<b>Halaman</b>
4.5	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa Asam 4- klorosinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro ..... 53
4.6	Sintesis Senyawa Asam 4-klorosinamat Berdasarkan Kondisi Optimum Terpilih..... 56
4.7	Identifikasi Kemurnian Hasil Sintesis Senyawa Asam 4- klorosinamat ..... 57
4.7.1	Uji Kemurnian Senyawa dengan Kromatografi Lapis Tipis ..... 57
4.7.2	Uji Kemurnian Senyawa dengan Penentuan Titik Leleh ..... 59
4.8	Identifikasi Struktur Hasil Sintesis Senyawa Asam 4- klorosinamat ..... 60
4.8.1	Identifikasi Struktur Senyawa dengan Spektroskopi UV-Vis..... 60
4.8.2	Identifikasi Struktur Senyawa dengan Spektroskopi Inframerah..... 62
4.8.3	Identifikasi Struktur Senyawa dengan Spektroskopi <sup>1</sup> H-NMR..... 65
4.9	Pengaruh Gugus Kloro pada Sintesis Senyawa Asam 4- klorosinamat ..... 68
<b>BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN ..... 72</b>	
5.1	Kesimpulan..... 72
5.2	Saran..... 72
<b>DAFTAR PUSTAKA ..... 73</b>	
<b>LAMPIRAN ..... 76</b>	

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 4.1	Data hasil uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa asam sinamat ..... 40
Tabel 4.2	Hasil perbandingan rendemen penentuan kondisi optimum senyawa asam sinamat pada daya 480 Watt (P-30) ..... 41
Tabel 4.3	Data hasil sintesis senyawa asam sinamat dengan metode iradiasi gelombang mikro ..... 43
Tabel 4.4	Hasil Uji Kemurnian KLT sintesis senyawa asam sinamat ..... 44
Tabel 4.5	Data hasil penentuan titik leleh sintesis senyawa asam sinamat ..... 45
Tabel 4.6	Interpretasi Data Spektrum Inframerah Benzaldehida ... 49
Tabel 4.7	Interpretasi Data Spektrum Inframerah Asam sinamat .. 50
Tabel 4.8	Data hasil uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa asam 4-klorosinamat..... 54
Tabel 4.9	Hasil perbandingan rendemen penentuan kondisi optimum senyawa asam 4-klorosinamat pada daya 480 Watt (P-30)..... 55
Tabel 4.10	Data hasil sintesis sintesis asam 4-klorosinamat dengan metode iradiasi gelombang mikro ..... 57
Tabel 4.11	Hasil Uji Kemurnian KLT sintesis senyawa asam 4-klorosinamat..... 58
Tabel 4.12	Data hasil penentuan titik leleh sintesis senyawa asam 4-klorosinamat..... 59
Tabel 4.13	Interpretasi Data Spektrum Inframerah 4-klorobenzaldehida ..... 62
Tabel 4.14	Interpretasi Data Spektrum Inframerah Asam 4-klorosinamat..... 64
Tabel 4.15	Interpretasi Data Spektrum <sup>1</sup> H-NMR Asam 4-klorosinamat..... 66

Tabel 4.16	Hasil perbandingan persentase rendemen sintesis senyawa asam sinamat dan asam 4-klorosinamat ..... 69
------------	---

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 1.1	Reaksi umum sintesis asam sinamat (Fessenden & Fessenden, 1986)..... 3
Gambar 2.1	Struktur kimia senyawa asam sinamat ..... 7
Gambar 2.2	Struktur senyawa (a) asam <i>cis</i> -3-fenil-2-propenoat dan (b) asam <i>trans</i> -3-fenil-2-propenoat ..... 8
Gambar 2.3	Mekanisme reaksi pembentukan Ion Enolat (McMurry, 2016) ..... 10
Gambar 2.4	Mekanisme reaksi kondensasi Perkin (Indriyanti and Prahasiwi, 2020)..... 12
Gambar 2.5	Mekanisme reaksi Knoevenagel (Fessenden & Fessenden, 1986)..... 12
Gambar 2.6	Mekanisme reaksi pembentukan senyawa asam sinamat dan asam 4-klorosinamat..... 14
Gambar 2.7	Metode sintesis asam sinamat yang dilakukan oleh Julianus dan Luckyvano (2014) ..... 16
Gambar 2.8	Metode sintesis asam sinamat yang dilakukan oleh Indriyanti dan Prahasiwi (2020)..... 18
Gambar 2.9	Metode sintesis asam sinamat yang dilakukan oleh Kumar <i>et al.</i> , (1998)..... 18
Gambar 2.10	Struktur kimia senyawa benzaldehida..... 21
Gambar 2.11	Struktur kimia senyawa asam malonat..... 22
Gambar 2.12	Struktur kimia senyawa amonium asetat..... 22
Gambar 2.13	Struktur kimia senyawa 4-klorobenzaldehida ..... 22
Gambar 4.1	Hasil uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa asam sinamat dengan eluen kloroform:metanol (7:1,v/v)..... 40
Gambar 4.2	Hasil sintesis senyawa asam sinamat ..... 42
Gambar 4.3	Hasil Uji Kemurnian KLT sintesis senyawa asam sinamat ..... 44

	<b>Halaman</b>
Gambar 4.4	Hasil Spektrum UV Benzaldehida ..... 46
Gambar 4.5	Hasil Spektrum UV Asam sinamat ..... 47
Gambar 4.6	Hasil <i>Overlay</i> Spektrum UV Benzaldehida dan Asam sinamat ..... 47
Gambar 4.7	Sistem konjugasi senyawa (a) Benzaldehida dan (b) Asam sinamat ..... 48
Gambar 4.8	Hasil Spektrum Inframerah Benzaldehida ..... 49
Gambar 4.9	Hasil Spektrum Inframerah Asam sinamat ..... 50
Gambar 4.10	Hasil <i>overlay</i> spektrum inframerah senyawa asam sinamat sintesis dengan asam sinamat murni ..... 52
Gambar 4.11	Struktur Senyawa Asam sinamat..... 52
Gambar 4.12	Hasil uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa asam 4-klorosinamat dengan eluen kloroform:metanol (7:1,v/v)..... 53
Gambar 4.13	Hasil sintesis senyawa asam 4-klorosinamat..... 56
Gambar 4.14	Hasil Uji Kemurnian KLT sintesis senyawa asam 4-klorosinamat..... 58
Gambar 4.15	Hasil Spektrum UV 4-klorobenzaldehida ..... 60
Gambar 4.16	Hasil Spektrum UV Asam 4-klorosinamat..... 60
Gambar 4.17	Hasil <i>Overlay</i> Spektrum UV 4-klorobenzaldehida dan Asam 4-klorosinamat ..... 61
Gambar 4.18	Sistem konjugasi senyawa (a) 4-klorobenzaldehida dan (b) Asam 4-klorosinamat..... 61
Gambar 4.19	Hasil Spektrum Inframerah 4-klorobenzaldehida ..... 62
Gambar 4.20	Hasil Spektrum Inframerah Asam 4-klorosinamat..... 64
Gambar 4.21	Hasil Spektrum <sup>1</sup> H-NMR Asam 4-klorosinamat ..... 66
Gambar 4.22	Struktur Senyawa Asam 4-klorosinamat ..... 68
Gambar 4.23	Pengaruh Gugus Kloro pada 4-klorobenzaldehida..... 70



## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
Lampiran 1	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa Asam sinamat dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro ..... 76
Lampiran 2	Sintesis Senyawa Asam Sinamat Berdasarkan Kondisi Optimum Terpilih ..... 77
Lampiran 3	Sintesis Senyawa Asam 4-klorosinamat Berdasarkan Kondisi Optimum Terpilih ..... 78
Lampiran 4	Perhitungan Berat Teoritis Sintesis Senyawa Asam sinamat ..... 79
Lampiran 5	Perhitungan Berat Teoritis Sintesis Senyawa Asam 4-klorosinamat ..... 80
Lampiran 6	Perbesaran Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Asam 4-klorosinamat... 81