

**PERBANDINGAN METODE SINTESIS SENYAWA 2,6-  
BIS((E)-4-HIDROKSI-3-  
METOKSIBENZILIDEN)SIKLOHEKSAN-1-ON  
SECARA KONVENSIONAL DAN IRADIASI  
GELOMBANG MIKRO**



**EUNIKE ADABELLA**

**2443019298**

**PROGRAM STUDI S1**

**FAKULTAS FARMASI**

**UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA**

**2023**

**PERBANDINGAN METODE SINTESIS SENYAWA 2,6-BIS((E)-4-HIDROKSI-3-METOKSIBENZILIDEN)SIKLOHEKSAN-1-ON SECARA KONVENSIONAL DAN 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:**

**EUNIKE ADABELLA**

**2443019298**

Telah disetujui pada tanggal 28 Maret 2023 dan dinyatakan LULUS.

Pembimbing I,



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

Pembimbing II,



Prof. Dr. 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/karya ilmiah saya, dengan judul : **Perbandingan Metode Sintesis Senyawa 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksi benziliden)sikloheksan-1-on secara Konvensional dan 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, 03 April 2023



Eunike Adabella  
2443019298

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, 03 April 2023



Eunike Adabella  
2443019298

## ABSTRAK

### **PERBANDINGAN METODE SINTESIS SENYAWA 2,6-BIS((E)-4-HIDROKSI-3-METOKSIBENZILIDEN)SIKLOHEKSAN-1-ON SECARA KONVENSIONAL DAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

**EUNIKE ADABELLA**  
**2443019298**

Kurkumin memiliki keterbatasan dalam bioavailabilitas, sehingga dibuat senyawa analog dari kurkumin senyawa 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on. Pada penelitian ini dilakukan perbandingan metode iradiasi gelombang mikro dan konvensional dengan katalis asam. Dasar reaksi ini adalah kondensasi Claisen-Schmidt dengan katalis HCl. Senyawa 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksibenziliden) sikloheksan-1-on kemudian dilakukan uji kemurnian (Kromatografi Lapis Tipis dan Titik Leleh) dan Identifikasi struktur senyawa hasil sintesis (Spektrofotometri UV-Vis, IR dan <sup>1</sup>H-NMR). Kondisi optimum metode iradiasi gelombang mikro adalah 480 W selama 17 menit menghasilkan rendemen sebesar (48,58 ± 5,46)%. Konvensional dilakukan dengan pengadukan pada suhu 50°C selama 90 menit menghasilkan rendemen (43,83 ± 5,03)%. Pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa sintesis senyawa berdasarkan lama reaksi metode iradiasi gelombang mikro lebih efisien daripada metode konvensional.

**Kata kunci:** 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on, kondensasi Claisen-Schmidt, katalis asam, metode iradiasi gelombang mikro, konvensional

## *ABSTRACT*

### **COMPARISON OF SYNTHESIS METHOD OF 2,6-BIS((*E*)-4-HYDROXY-3-METHOXYBENZYLIDEN)CYCLOHEXANE-1-ONE COMPOUND CONVENTIONALLY AND MICROWAVE IRRADIATION**

**EUNIKE ADABELLA  
2443019298**

Curcumin has limitations on its bioavailability, so analogues of curcumin are made from the compound 2,6-bis((*E*)-4-hydroxy-3-methoxybenzylidene)cyclohexane-1-one. In this study, a comparison of conventional and microwave irradiation methods with acid catalysts was carried out. The basis of this reaction is the Claisen-Schmidt condensation with HCl catalyst. Compound 2,6-bis((*E*)-4-hydroxy-3-methoxybenzylidene)cyclohexane-1-one was then tested for purity (Thin Layer Chromatography and Melting Point) and Identification of the structure of the synthesized compound (Spectrophotometry UV-Vis, IR and <sup>1</sup>H-NMR). The optimum condition for the microwave irradiation method is 480 W for 17 minutes to produce a yield of (48.58 ± 5.46)%. The conventional method was carried out by stirring at 50°C for 90 minutes to produce a yield of (43.83 ± 5.03)%. In this study it can be concluded that the synthesis of compounds based on the reaction time of the microwave irradiation method is more efficient than conventional methods.

**Keywords:** 2,6-bis((*E*)-4-hydroxy-3-methoxybenzylidene)cyclohexan-1-one, Claisen-Schmidt condensation, acid catalyst, microwave irradiation method, conventional

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa oleh karena kasih dan Rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Perbandingan Metode Sintesis Senyawa 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksi benziliden)sikloheksan-1-on secara Konvensional dan Iradiasi Gelombang Mikro”** untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala. Dibalik terselesaikannya penelitian ini ada dukungan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua dan keluarga besar penulis atas dukungan, semangat dan doa sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
2. Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS. dan Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi selaku pembimbing yang telah memberikan waktu, tenaga, bimbingan, saran dan ide yang membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. apt. Dra. Emi Sukarti, M.Si. dan apt. Caroline, S.Si., M.Si. selaku penguji yang telah memberi masukan dan saran untuk penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
4. apt. Yufita Ratnasari W., S.Farm., M.Farm.Klin. selaku penasihat akademik yang telah memberikan waktu, saran dan masukan selama proses penyusunan skripsi ini.
5. Seluruh dosen, staff laboratorium dan staff tata usaha Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah membantu peneliti dalam menyelesaikan skripsi.
6. Teman-teman skripsi Kimia Organik (Cindy, Afin, kak Vania, Della, Isvara, Bertha, dan Rike) yang telah berproses dan memberi semangat untuk penulis selama melakukan penelitian.

7. Teman-teman BGM (Bara, Marvel, Vonny, Mario, Rere, Oryza, Nico, Daniel, DP, Aurel) yang telah menemani, memberikan semangat, menjadi tempat cerita selama penulis mengerjakan skripsi ini.
8. Teman-teman “Smartfriend” yang memberikan semangat dan dukungan doa selama penulis menyelesaikan skripsi ini.
9. Teman-teman angkatan 2019 yang sudah memberikan dukungan selama perkuliahan.
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah membantu penulis selama proses pengerjaan skripsi ini.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari kekurangan dalam penulisan naskah Skripsi ini. Akhir kata penulis sangat mengharapkan kritik dan saran agar naskah skripsi ini dapat lebih disempurnakan.

Surabaya, 03 April 2023

Penulis



## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
ABSTRAK .....	i
<i>ABSTRACT</i> .....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
BAB 1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	8
1.3 Tujuan.....	8
1.4 Hipotesis Penelitian .....	9
1.5 Manfaat Penelitian.....	9
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	10
2.1 Tinjauan tentang Kurkumin.....	10
2.2 Tinjauan tentang Analog Kurkumin .....	12
2.3 Tinjauan tentang Reaksi Organik .....	13
2.3.1 Reaksi Kondensasi Aldol .....	13
2.3.2 Reaksi Kondensasi Aldol Silang .....	17
2.3.3 Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt.....	18
2.3.4 Reaksi Cannizzaro.....	19
2.3.5 Reaksi Polimerisasi .....	19
2.4 Tinjauan tentang Metode Sintesis.....	20

	<b>Halaman</b>
2.5	Tinjauan tentang Sintesis Iradiasi Gelombang Mikro ..... 22
2.6	Tinjauan tentang Senyawa Kimia dalam Penelitian ..... 23
2.6.1	Sikloheksanon ..... 23
2.6.2	Asam Klorida ..... 23
2.6.3	4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid ..... 23
2.6.4	2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on ..... 24
2.7	Tinjauan tentang Kemurnian Hasil Sintesis ..... 24
2.7.1	Rekristalisasi ..... 24
2.7.2	Uji Titik Leleh ..... 26
2.7.3	Kromatografi Lapis Tipis ..... 27
2.8	Tinjauan tentang Uji Identifikasi Struktur ..... 28
2.8.1	Spektroskopi UV-Vis ..... 28
2.8.2	Spektroskopi Infra Merah (IR) ..... 29
2.8.3	Spektroskopi Nuclear Magnetic Resonance (NMR) ..... 30
<b>BAB 3. METODE PENELITIAN .....33</b>	
3.1	Jenis Penelitian ..... 33
3.2	Alat dan Bahan Penelitian ..... 33
3.2.1	Alat ..... 33
3.2.2	Bahan ..... 34
3.3	Variabel Penelitian ..... 34
3.4	Tahapan Penelitian ..... 35
3.5	Metode Penelitian ..... 35
3.5.1	Sintesis senyawa 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan bantuan iradiasi gelombang mikro ..... 35

## Halaman

3.5.2	Sintesis senyawa 2,6-bis( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan metode konvensional .....	36
3.5.3	Uji kemurnian senyawa hasil sintesis dari kedua metode dengan kromatografi lapis tipis dan uji titik leleh .....	37
3.5.4	Identifikasi struktur senyawa hasil sintesis dengan pengujian spektrofotometri UV-Vis, spektrofotometri inframerah, dan spektrofotometri <sup>1</sup> H-NMR .....	38
3.5.5	Analisis Data Perbandingan Metode Sintesis .....	39
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....		40
4.1	Sintesis senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan bantuan iradiasi gelombang mikro .....	40
4.1.1	Penentuan kondisi optimum .....	40
4.1.2	Sintesis senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan bantuan iradiasi gelombang mikro menggunakan kondisi optimum yang terpilih .....	44
4.2	Sintesis senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan metode konvensional .....	45
4.3	Uji kemurnian 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	47
4.3.1	Kromatografi Lapis Tipis (KLT) senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	47
4.3.2	Uji titik leleh .....	48
4.3.3	Organoleptis senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	50
4.4	Identifikasi struktur 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan pengujian spektrofotometri UV-Vis, spektrofotometri inframerah, dan spektrofotometri <sup>1</sup> H-NMR .....	51
4.4.1	Spektrofotometri UV-Vis .....	51
4.4.2	Spektrofotometri IR .....	53

	<b>Halaman</b>
4.4.3 Spektrofotometri <sup>1</sup> H-NMR.....	56
4.4.4 Identifikasi struktur senyawa hasil sintesis .....	58
4.5 Sintesis 2,6-bis( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden) sikloheksan-1-on dengan Katalis Asam.....	58
4.5.1 Mekanisme reaksi sintesis 2,6-bis( <i>E</i> )-4-hidroksi- 3-metoksi-benziliden)sikloheksan-1-on .....	58
4.5.2 Pengaruh katalis asam .....	59
4.6 Perbandingan metode sintesis 2,6-bis( <i>E</i> )-4-hidroksi-3- metoksibenziliden) sikloheksan-1-on .....	61
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN .....	64
5.1 Kesimpulan.....	64
5.2 Saran.....	64
DAFTAR PUSTAKA.....	66
LAMPIRAN .....	73

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 1.1. Struktur kimia kurkuminoid.....	1
Gambar 1.2. Struktur beberapa analog kurkumin.....	3
Gambar 1.3. Struktur 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksibenziliden) sikloheksan-1-on.....	6
Gambar 2.1. Reaksi pembentukan enolat dalam basa dan enol dalam asam .....	14
Gambar 2.2. Mekanisme reaksi dalam suasana basa .....	15
Gambar 2.3. Mekanisme reaksi dalam suasana asam .....	15
Gambar 2.4. Mekanisme reaksi self-aldol condensation .....	16
Gambar 2.5. Reaksi Kondensasi Aldol Silang.....	18
Gambar 2.6. Reaksi Cannizzaro .....	19
Gambar 2.7. Polimer novolak .....	20
Gambar 2.8. Struktur senyawa sikloheksanon .....	23
Gambar 2.9. Struktur senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid .....	24
Gambar 4.1. KLT optimasi P30 menit ke-5 hingga ke-29.....	41
Gambar 4.2. KLT sebelum pencucian dengan asam asetat 50% dan sesudah rekristalisasi pada metode MWI 480 W .....	43
Gambar 4.3. KLT 3 fase gerak .....	47
Gambar 4.4. Hasil sintesis senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3- metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	51
Gambar 4.5. Perbandingan struktur vanilin (kiri) dan struktur 2,6-bis(4- hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on (kanan).....	52
Gambar 4.6. Spektrum overlay vanilin (merah) dan 2,6-bis(4-hidroksi-3- metoksibenziliden)sikloheksan-1-on (hijau).....	53
Gambar 4.7. Spektrum IR Vanilin .....	53

## Halaman

Gambar 4.8. Spektrum IR 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	54
Gambar 4.9. Spektrum IR overlay vanilin (hitam) dan 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on (merah).....	54
Gambar 4.10. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	57
Gambar 4.11. Mekanisme reaksi pembentukan 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan katalis asam ...	59
Gambar 4. 12. Reaksi pembentukan Novolak.....	60

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 4.1. KLT optimasi pada iradiasi gelombang mikro 480 W .....	42
Tabel 4.2. KLT sebelum dan sesudah pencucian dengan asam asetat 50% dan rekristalisasi metode MWI .....	44
Tabel 4.3. Rendemen hasil senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on 3x replikasi metode iradiasi gelombang mikro .....	45
Tabel 4.4. Rendemen hasil senyawa 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on 3x replikasi metode konvensional.....	46
Tabel 4.5. Hasil KLT 3 fase gerak.....	48
Tabel 4.6. Hasil uji titik leleh senyawa hasil sintesis .....	49
Tabel 4.7. Interpretasi data spektrum IR .....	54
Tabel 4.8. Interpretasi data spektrum <sup>1</sup> H-NMR 2,6-bis(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	57
Tabel 4.9. Perbandingan metode sintesis 2,6-bis((E)-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on .....	62

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
Lampiran 1. Skema Kerja Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	73
Lampiran 2. Skema Kerja Sintesis pada Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro .....	74
Lampiran 3. Skema Kerja Sintesis pada Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on dengan Metode Konvensional.....	75
Lampiran 4. Perhitungan Rendemen Teoritis 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on.....	76
Lampiran 5. Perhitungan Rendemen Teoritis 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on.....	77
Lampiran 6. <i>Overlay</i> Spektrum IR Senyawa 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on Metode MWI, Konvensional dan Vanilin.....	78
Lampiran 7. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR Senyawa 2,6-bis(( <i>E</i> )-4-hidroksi-3-metoksibenziliden)sikloheksan-1-on.....	79
Lampiran 8. Data Uji Statistik Rendemen Hasil Metode Iradiasi Gelombang Mikro dan Konvensional .....	80
Lampiran 9. Perbandingan Suhu Metode Iradiasi Gelombang Mikro .....	81