

PENGARUH GUGUS METOKSI PADA SENYAWA 2-METOKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS SENYAWA (2E,6E)-BIS(2-METOKSIBENZILIDEN) SIKLOHEKSANON



BERNADETH OCTAVIANA BOLY

2443019049

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2024

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH GUGUS METOKSI PADA SENYAWA
2-METOKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS SENYAWA
(2E,6E)- BIS(2-METOKSIBENZILIDEN)SIKLOHEKSANON**

SKRIPSI

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

OLEH:
BERNADETH OCTAVIANA BOLY
2443019049

Telah disetujui pada tanggal 13 Juni 2024 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I.



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

Pembimbing II.



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

Mengetahui,
Ketua Penguji



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

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan dengan ini saya menyetujui skripsi atau karya ilmiah saya dengan judul: **Pengaruh Gugus Metoksi pada 2-metoksibenzaldehida terhadap Sintesis (2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon** untuk dipublikasikan atau ditampilkan pada media lain atau internet yaitu Digital Library Perpustakaan Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta. Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah saya buat dengan semestinya.

Surabaya, 13 Juni 2024



Bernadeth Octaviana Boly
2443019049

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, 13 Juni 2024



Bernadeth Octaviana Boly

2443019049

ABSTRAK

PENGARUH GUGUS METOKSI PADA 2-METOKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS (2E,6E)-BIS(2-METOKSIBENZILIDEN)SIKLOHEKSANON

BERNADETH OCTAVIANA BOLY
2443019049

Kurkumin merupakan senyawa fenolik yang terdapat pada tanaman *Curcuma longa*. Kandungan fenol yang tinggi membuat kurkumin memiliki aktivitas farmakologi yang cukup banyak. Salah satu studi mengatakan bahwa mengubah gugus β -diketon dari kurkumin dapat memperbaiki stabilitas, kemampuan antioksidan, penetrasi sel, hingga memperbaiki profil bioavailibilitasnya. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh penambahan gugus metoksi pada 2-metoksibenzaldehida sebagai bahan awal sintesis 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon, dengan membandingkan hasil sintesis senyawa dibenzilidensikloheksanon dan hasil sintesis senyawa 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon pada kondisi optimum. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan 2-metoksi benzaldehida, sikloheksanon dengan katalis asam dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) secara konvensional dan pemanasan pada suhu 40-50°C. Dari penelitian diperoleh hasil sintesis senyawa dibenzilidensikloheksanon (116-118 °C; 84,42%; 50 menit) dan hasil sintesis senyawa 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon (143-144 °C; 91,26%; 30 menit). Disimpulkan hasil dari penelitian ini yaitu pengaruh penambahan gugus metoksi pada 2-metoksi benzaldehida terhadap sintesis 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon mempercepat jalannya reaksi yang ditinjau dari lama waktu reaksi dan hasil rendemen.

Kata kunci: dibenzilidensikloheksanon, 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon, konvensional, katalis asam

ABSTRACT

EFFECT OF THE METHOXY GROUP ON 2-METHOXYBENZALDEHYDE SYNTHESIS OF (2E,6E)-BIS(2-METHOXYBENZYLIDENE)CYCLOHEXANONE

**BERNADETH OCTAVIANA BOLY
2443019049**

Curcumin is a phenolic compound found in the *Curcuma longa* plant. The high phenol content makes curcumin have quite a lot of pharmacological activity. One study states that changing the β -diketone group of curcumin can improve its stability, antioxidant ability, cell penetration, and improve its bioavailability profile. The aim of this research is to determine the effect of adding a methoxy group to 2-methoxybenzaldehyde as a starting material for the synthesis of 2,6-bis(2-methoxybenzylidene)cyclohexanone, by comparing the results of the synthesis of dibenzylidene cyclohexanone and 2,6-bis(2-methoxybenzylidene) cyclohexanone at optimum conditions. Synthesis was carried out by reacting 2-methoxybenzaldehyde, cyclohexanone with an acid catalyst in a tetrahydrofuran (THF) solvent and heating at a temperature of 40-50°C. From the research, the results of the synthesis of the compound dibenzylidenecyclohexanone (116-118 °C; 84.42%; 50 minutes) and the results of the synthesis of the compound 2,6-bis(2-methoxybenzylidene)cyclohexanone (143-144 °C; 91.26%; 30 minutes) were obtained. . It was concluded from the results of this research that the effect of adding a methoxy group to 2-methoxy benzaldehyde on the synthesis of 2,6-bis(2-methoxybenzylidene) cyclohexanone accelerated the reaction in terms of reaction time and yield results.

Keywords: dibenzylidenecyclohexanone, 2,6-bis(2-methoxy benzylidene)cyclohexanone, conventional, acid catalyst

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa oleh karena kasih dan karunia-nya penulis dapat menyelesaikan penelitian skripsi dengan judul **“Pengaruh Gugus Metoksi pada Senyawa 2-metoksibenzaldehida terhadap Sintesis Senyawa (2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon**“ yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. 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 atas kesempatan yang diberikan untuk menempuh pendidikan di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. Prof. Dr.J.S.Ami Soewandi, Apt selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya atas kesempatan yang diberikan untuk menempuh pendidikan di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
3. apt. Diga Albrian Setiadi S,Farm., M.Farm selaku Kaprodi S1 Farmasi yang sudah menyediakan fasilitas serta memberikan ijin untuk menjalankan penelitian ini.

4. Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt dan Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi, Apt selaku pembimbing I dan II yang telah meluangkan waktu, selalu sabar dalam memberikan nasehat dan masukan dalam proses pembuatan skripsi.
5. Dra. Emi Sukarti, M.Si, Apt dan apt. Maria Anabella Jessica, S. Farm., M.S. Farm selaku penguji yang sudah memberikan banyak kritik dan saran berarti untuk pengembangan skripsi ini.
6. Dra. Liliek S. Hermanu, MS., Apt dan Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi, Apt selaku Penasehat Akademik yang telah membantu persoalan-persoalan selama kuliah berlangsung, serta memberikan arahan dan bimbingan selama perkuliahan.
7. Bapak Heri, Bapak Ari, Ibu Evy, dan Bapak Dwi selaku laboran yang sudah banyak membantu untuk mengawasi penulis selama menjalankan penelitian di laboratorium.
8. Kedua orang tua, Bapak Elias dan Ibu Everdyna, kedua saudara saya Mbak Mia dan Emilia yang saya cintai dan sayangi yang senantiasa selalu mendoakan, memberikan nasihat, motivasi dan menjadi pendengar yang setia sehingga dapat menyelesaikan pendidikan S1 Farmasi dengan baik.
9. Sahabat dan juga teman-teman saya Olipia, Bagas, Eki, Alya, Mbak Della dan semua orang yang tidak dapat disebutkan satu-satu dengan rela meluangkan waktunya dan

memberi semangat untuk menyelesaikan naskah skripsi ini dan memberikan semangat.

10. Dan untuk diri sendiri karena tidak pernah berhenti hingga saat ini, selalu berjuang dan tidak patah semangat dalam menyelesaikan skripsi dan pendidikan S1 Farmasi ini.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan, 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, 13 Juni 2024

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
<i>ABSTRACT</i>	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xiii
BAB 1	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah Penelitian.....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Hipotesa Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB 2.....	6
TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan tentang Kurkumin.....	6
2.2 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis	8
2.2.1 Kondensasi Aldol.....	8
2.2.2 Kondensasi Aldol Silang.....	9
2.2.3 Reaksi Cannizaro.....	10
2.3 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis Turunan Dibenziliden sikloheksanon	11
2.3.1 Reaksi Sintesis Senyawa Dibenziliden sikloheksanon.....	11
2.4 Tinjauan Metode Konvensional.....	12

Halaman

2.5	Tinjauan tentang Rekrystalisasi.....	13
2.6	Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	14
	2.6.1 Titik Leleh.....	14
	2.6.2 Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	15
2.7	Tinjauan tentang Uji Identifikasi Struktur	16
	2.7.1 Spektrofotometri Inframerah (IR)	16
	2.7.2 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (NMR).....	17
2.7.3	<i>Uji Spektroskopi UV-Vis</i>	18
2.8	Tinjauan tentang Bahan	19
	2.8.1 Benzaldehida	19
	2.8.2 Sikloheksanon	20
	2.8.3 Tetrahidrofuran (THF)	21
	2.8.4 Dibenzilidensikloheksanon	21
	2.8.5 2-metoksibenzaldehida	22
BAB 3	23
METODE PENELITIAN	23
3.1	Jenis Penelitian	23
3.2	Alat dan Bahan Penelitian	23
	3.2.1 Alat Penelitian.....	23
	3.2.2 Bahan Penelitian.....	23
3.3	Metodologi Penelitian.....	24
3.4	Tahapan Penelitian	24
3.5	Metode Penelitian.....	25

Halaman

3.5.1	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa Dibenzilidensikloheksanon dengan metode konvensional	25
3.5.2	Sintesis Senyawa Dibenzilidensikloheksanon pada Kondisi Optimum.....	25
3.5.3	Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa (2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon dengan metode konvensional	26
3.5.4	Sintesis Senyawa (2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon pada Kondisi Optimum.....	27
3.6.	Uji Kemurnian Hasil Sintesis	28
3.6.1	Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	28
3.6.2	Uji Titik Leleh.....	29
3.7	Uji Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....	29
3.7.1	Uji Spektrofotometer Infra Merah (IR)	29
3.7.2	Uji Spektrofotometer Ultra Violet (UV-Vis).....	30
3.7.3	Uji Spektroskopi NMR.....	30
3.8	Analisis Data	30
BAB 4.....		31
HASIL DAN PEMBAHASAN		31
4.1	Sintesis Senyawa dibenzilidensikloheksanon Dengan Metode Konvensional.....	31
4.1.1	Penentuan kondisi optimum sintesis senyawa dibenziliden sikloheksanon	31
4.1.2	Sintesis senyawa dibenzilidensikloheksanon pada kondisi optimum terpilih	32
4.1.3	Uji Kemurnian Senyawa Dibenzilidensikloheksanon dengan Kromatografi Lapis Tipis.....	34

Halaman

4.2	Sintesis senyawa 2,6-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon dengan metode konvensional	36
4.2.1	Penentuan kondisi optimum sintesis senyawa 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon	36
4.2.2	Sintesis Senyawa 2,6-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon dengan metode konvensional pada kondisi optimum terpilih	39
4.3	Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	40
4.3.1	Uji Kromatografi Lapis Tipis 2,6-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon.....	40
4.3.2	Uji Titik Leleh senyawa dibenzilidensikloheksanon dan 2,6-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon ...	42
4.4	Identifikasi Struktur Hasil Senyawa Sintesis 2,6-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon.....	43
4.4.1	Identifikasi Struktur 2,6-bis(2-metoksibenziliden)siklo heksanon dengan Spektroskopi UV-Vis	43
4.4.2	Identifikasi Struktur Dibenzilidensikloheksanon dengan Spektroskopi Inframerah.....	45
4.4.3	Identifikasi Struktur 2,6-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon dengan Spektroskopi Inframerah ...	47
4.4.3	Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti	49
4.5	Analisis Data	51
4.5.1	Analisis spektra hasil pengujian senyawa (2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden)sikloheksanon	51
4.5.2	Mekanisme Reaksi Sintesis(2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon.....	52
4.5.3	Pengaruh 2-metoksibenzaldehida terhadap sintesis (2E,6E)-bis(2-metoksibenziliden) sikloheksanon .	54

Halaman

4.5.4 Pengaruh Katalis dan Pelarut	55
BAB 5	57
KESIMPULAN DAN SARAN	57
5.1 Kesimpulan.....	57
5.2 Saran.....	57
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN 1	61
LAMPIRAN 2	62
LAMPIRAN 3	63
LAMPIRAN 4	64
LAMPIRAN 5	65
LAMPIRAN 6	66

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2. 1	Sisi Aktif Kurkumin..... 6
Gambar 2. 2	Struktur Kurkiminoid..... 7
Gambar 2. 3	Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol (b) Reaksi Eliminasi 8
Gambar 2. 4	Reaksi Claissen Schimdt..... 9
Gambar 2. 5	Reaksi Cannizaro pada Benzaldehida 10
Gambar 2. 6	Mekanisme Sintesis Dibenzilidensikloheksanon ... 12
Gambar 2. 7	Struktur Benzaldehida..... 20
Gambar 2. 8	Struktur Sikloheksanon 20
Gambar 2. 9	Struktur Dibenzilidensikloheksanon 21
Gambar 2. 10	2-metoksibenzaldehida 22
Gambar 4. 1	Hasil KLT Sintesis Senyawa Dibenzilidensikloheksanon 32
Gambar 4. 2	Hasil Senyawa Dibenzilidensikloheksanon 33
Gambar 4. 3	Hasil KLT Sintesis Dibenzilidensikloheksanon dengan 3 Fase Gerak..... 35
Gambar 4. 4	Hasil KLT Sintesis Senyawa 2,6-bis-(2- metoksibenziliden)sikloheksanon 37
Gambar 4. 5	Senyawa 2,6-bis-(2- metoksibenziliden)sikloheksanon 39
Gambar 4. 6	Data Hasil KLT Senyawa 2,6-bis-(2- metoksibenziliden)sikloheksanon 41
Gambar 4. 7	Spektra UV-Vis Senyawa 2-metoksibenzaldehida (a),2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon (b), dan overlay dari 2-metoksibenzaldehida dan 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon 45

Halaman

Gambar 4. 8	Spektra Inframerah Senyawa (a) Benzaldehida dan (b) Dibenzilidensikloheksanon.....	47
Gambar 4. 9	Spektra Inframerah Senyawa (a) 2-metoksibenzaldehida dan (b) 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon	48
Gambar 4. 10	Spektrum ¹ H-NMR Senyawa 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon dalam pelarut Kloroform	50
Gambar 4. 11	Mekanisme Kondensasi Claisen-schmidt sintesis senyawa (2E,6E)-bis-(2-metokasibenziliden)sikloheksanon	53

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4. 1 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa Dibenzilidensikloheksanon.....	32
Tabel 4. 2 Data Rendemen Hasil Sintesis Senyawa Dibenzilidensikloheksanon.....	34
Tabel 4. 3 Data Hasil KLT Sintesis Dibenzilidensikloheksanon dengan 3 Fase Gerak	35
Tabel 4. 4 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon	38
Tabel 4. 5 Data Rendemen Hasil Sintesis Senyawa 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon.....	40
Tabel 4. 6 Data Hasil KLT dengan 3 Fase Gerak.....	42
Tabel 4. 7 Hasil Uji Titik Leleh Senyawa Dibenzilidensikloheksanon.....	43
Tabel 4. 8 Data Spektra Inframerah Senyawa Benzaldehida dan Dibenzilidensikloheksanon.....	47
Tabel 4. 9 Data Spektrum senyawa 2-metoksibenzaldehida dan.	49
Tabel 4. 10 Data Spektrum ¹ H-NMR Senyawa 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon.....	51
Tabel 4. 11 Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa Dibenzilidensikloheksanon dan 2,6-bis-(2-metoksibenziliden)sikloheksanon.....	55