

**PENGARUH GUGUS HIDROKSI PADA
4-HIDROKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS
4,4'-DIHIDROKSIDIBENZALASETON DENGAN
BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO**



RYAN HUTAMA

2443015076

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA**

2019

**PENGARUH GUGUS HIDROKSI PADA
4-HIDROKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS
4,4'-DIHIDROKSIDIBENZALASETON 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

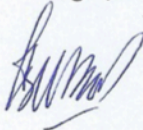
OLEH:
RYAN HUTAMA
2443015076

Pembimbing I,



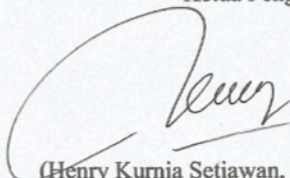
Prof. Dr. Ami Soewandi J.S., Apt.
NIK. 241.02.0542

Pembimbing II,



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

Mengetahui,
Ketua Penguji



(Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si., Apt.)
NIK. 241.97.0283

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi / karya ilmiah saya, dengan judul: **Pengaruh Gugus Hidroksi pada 4-hidroksibenzaldehida terhadap Sintesis 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 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 sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

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

Surabaya, 27 Mei 2019



Ryan Utama
2443015076

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, 27 Mei 2019



Ryan Utama
2443015076

ABSTRAK

PENGARUH GUGUS HIDROKSI PADA 4-HIDROKSIBENZALDEHIDA TERHADAP SINTESIS 4,4'- DIHIDROKSIDIBENZALASETON DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

RYAN HUTAMA

2443015076

Dibenzalaseton ataupun senyawa turunannya merupakan senyawa yang sudah cukup banyak diteliti karena memiliki beragam manfaat seperti mampu menangkal sinar UV, sebagai antioksidan, serta penangkap radikal bebas. Pengaruh gugus terhadap sintesis senyawa turunan dibenzalaseton diteliti. Sintesis dibenzalaseton dan 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dilakukan pada kondisi yang sama dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. Kedua senyawa hasil sintesis dilakukan uji kemurnian serta identifikasi struktur dengan spektroskopi inframerah, spektroskopi resonansi magnetik inti proton dan spektroskopi resonansi magnetik inti karbon. Pengaruh gugus hidroksi terhadap reaksi dilihat berdasarkan hasil rendemen sintesis. Dari hasil percobaan, diketahui bahwa sintesis senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton memiliki persentase rendemen sebesar $6,75 \pm 0,93\%$ dan dibenzalaseton memiliki persentase rendemen sebesar $58,41 \pm 8,98\%$. Berdasarkan rendemen yang didapatkan adanya gugus hidroksi akan mempersulit reaksi dalam suasana basa.

Kata kunci : sintesis, *Claisen-Schmidt*, 4,4'-dihidroksidibenzalaseton, dibenzalaseton, iradiasi gelombang mikro.

ABSTRACT

EFFECT OF HYDROXY GROUP OF 4-HYDROXYBENZALDEHYDE ON THE SYNTHESIS OF 4,4'-DIHYDROXYDIBENZALACETONE USING MICROWAVE-ASSISTED IRRADIATION METHOD

RYAN HUTAMA
2443015076

Dibenzalacetone and its derivatives are compounds that has been studied quite a lot because it has various benefits such as being able to ward off UV rays, as an antioxidant, and free radical scavengers. The effect of the chemical group on the synthesis of dibenzalacetone derivative compounds was investigated. The synthesis of dibenzalacetone and 4,4'-dihydroxydibenzalacetone is carried out under the same conditions with the help of microwave irradiation. The two synthesized compounds were tested for purity and structure identification using infrared spectroscopy, proton nuclear magnetic resonance spectroscopy, and carbon nuclear magnetic resonance spectroscopy. The effect of hydroxy groups on the reaction is seen based on the results of the synthesis yield. From the results of the experiment, it was found that the synthesis of 4,4'-dihydroxydibenzalacetone compounds had a yield percentage of $6.75 \pm 0.93\%$ and dibenzalacetone had a yield percentage of $58.41 \pm 8.98\%$. Based on the yield obtained the presence of hydroxy group would make the reaction more difficult under basic condition.

Keywords : synthesis, *Claisen-Schmidt*, 4,4'-dihydroxydibenzalacetone, dibenzalacetone, microwave irradiation.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karunia-Nya, skripsi yang berjudul “Pengaruh Gugus Hidroksi pada 4-hidroksibenzaldehida Terhadap Sintesis 4,4’-dihidroksi-dibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro” dapat disusun. Tujuan dari penyusunan skripsi ini adalah untuk memenuhi persyaratan dalam memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Penulis menyadari bahwa keberhasilan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan orang-orang di sekitar penulis. Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Tuhan Yang Maha Esa, yang selalu menyertai dan memberkati dari awal hingga akhir pengerjaan naskah skripsi ini.
2. Keluarga terutama kedua orang tua yang senantiasa mendukung, memberi semangat serta memfasilitasi segala hal yang berkaitan dengan biaya selama penelitian.
3. Bapak pembimbing I (Prof. Dr. Ami Soewandi J. S., Apt.) dan ibu pembimbing II (Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt.) yang senantiasa bersedia meluangkan waktu dan tenaga untuk membantu proses jalannya penelitian serta mengarahkan dan membimbing penyusunan skripsi.
4. Dosen penguji yang memberikan bimbingan serta membantu melengkapi materi penyusunan skripsi (Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si., Apt. dan Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt.).
5. Penasehat akademik (Farida Lanawati Darsono, S.Si., M.Sc.) yang telah membantu persoalan-persoalan selama kuliah berlangsung, memberi saran dan masukan mengenai perkuliahan.

6. Drs. Kuncoro Foe, Ph.D., G.Dip.Sc., Apt. selaku Rektor, Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D., Apt. selaku Dekan, dan Dr. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. 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.
7. Seluruh staf laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya Pak Heri selaku laboran di Laboratorium Kimia Organik dan Pak Dwi selaku laboran di Laboratorium Penelitian, yang telah membantu pelaksanaan penelitian.
8. Teman-teman dari Pejuang Skripsi (Maria Pierena, William Santoso, dan Arvin Kurniawati) yang selalu menemani, memberi masukan, dan membantu proses pengerjaan skripsi.
9. Teman-teman dari the junior yang selalu mendukung, memberi semangat, serta masukan.
10. Teman-teman Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya angkatan 2015, yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan skripsi ini.
11. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan, maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak agar naskah skripsi ini dapat disempurnakan. Semoga penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi kepentingan masyarakat

Surabaya, 27 Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI	v
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.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Tinjauan Tentang Kurkumin	8
2.2 Tinjauan Tentang Reaksi Organik	8
2.2.1 Reaksi Senyawa Organik	8
2.2.2 Kondensasi Aldol	9
2.2.3 Kondensasi Aldol Silang.....	9
2.2.4 Kondensasi Claisen-Schmidt.....	11
2.2.5 Reaksi Cannizzaro.....	11
2.2.6 Macam-Macam Metode Sintesis Turunan Dibenzalaseton	12
2.2.7 Katalis Asam atau Basa	14
2.2.8 Perbandingan Jumlah Natrium Hidroksida Terhadap Reaksi Kondensasi Aldol Silang.....	14

2.2.9 Pengaruh Gugus Hidroksil pada 4-hidroksibenzaldehida ...	15
2.3 Tinjauan Tentang <i>Green Chemistry</i>	16
2.4 Tinjauan Tentang Iradiasi Gelombang Mikro	17
2.5 Tinjauan Tentang Senyawa yang Digunakan untuk Sintesis	18
2.5.1 Senyawa Benzaldehida.....	18
2.5.2 Senyawa 4-hidroksibenzaldehida.....	19
2.5.3 Senyawa Aseton.....	19
2.5.4 Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton.....	20
2.6 Tinjauan Tentang Rekristalisasi	20
2.7 Tinjauan Tentang Titik Leleh.....	21
2.8 Tinjauan Tentang Kromatografi	22
2.8.1 Kromatografi Lapis Tipis.....	23
2.8.2 Kromatografi Gas.....	25
2.9 Tinjauan Tentang Identifikasi Struktur Menggunakan Spektroskopi.....	26
2.9.1 Spektroskopi Inframerah.....	26
2.9.2 Spektroskopi Massa	27
2.9.3 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti.....	28
BAB 3 METODE PENELITIAN	31
3.1 Jenis Penelitian.....	31
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	31
3.2.1 Alat Penelitian.....	31
3.2.2 Bahan Penelitian	31
3.3 Metodologi Penelitian	32
3.4 Tahapan Penelitian	32
3.5 Metode Penelitian.....	33

3.5.1 Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa I dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	33
3.5.2 Sintesis Senyawa I dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro pada Kondisi Optimum	33
3.5.3 Sintesis Senyawa II dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro pada Kondisi yang Sama	34
3.6 Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis.....	35
3.6.1 Uji Kromatografi Lapis Tipis.....	35
3.6.2 Uji Titik Leleh.....	35
3.7 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....	36
3.7.1 Identifikasi Struktur dengan Spektrofotometer Inframerah.....	36
3.7.2 Identifikasi Struktur dengan Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa	36
3.7.3 Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti.....	37
3.8 Data Pelengkap.....	37
3.8.1 Sintesis Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional	37
3.8.2 Sintesis Senyawa Dibenzalaseton dengan Pelarut Etanol dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	38
3.9 Analisa Data	38
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1 Penentuan Kondisi Sintesis Senyawa 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	39
4.2 Sintesis Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton.....	41
4.3 Uji Kemurnian Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton	42
4.3.1 Uji KLT Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton	42
4.3.2 Uji Penentuan Titik Leleh Senyawa 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton.....	44

4.3.3 Uji Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton.....	44
4.4 Identifikasi Struktur Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton	47
4.4.1 Identifikasi Struktur dengan Spektrofotometri Infra Merah	47
4.4.2 Identifikasi Struktur dengan Spektrometri RMI Proton	49
4.4.3 Identifikasi Struktur dengan Spektrometri RMI Karbon	50
4.5 Sintesis Senyawa Dibenzalaseton.....	52
4.6 Uji Kemurnian Senyawa Dibenzalaseton	54
4.6.1 Uji KLT Senyawa Dibenzalaseton	54
4.6.2 Uji Penentuan Titik Leleh Senyawa Dibenzalaseton	56
4.6.3 Uji Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa Senyawa Dibenzalaseton	57
4.7 Identifikasi Struktur Senyawa Dibenzalaseton	59
4.7.1 Identifikasi Struktur dengan Spektrofotometri Infra Merah	59
4.7.2 Identifikasi Struktur dengan Spektrometri RMI Proton	61
4.7.3 Identifikasi Struktur dengan Spektrometri RMI Karbon	62
4.8 Data Pelengkap.....	66
4.8.1 Sintesis Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional	66
4.8.2 Sintesis Senyawa Dibenzalaseton dengan Pelarut Etanol dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	66
4.9 Perbandingan Rendemen Hasil Sintesis	67
4.9.1 Perbandingan Rendemen Hasil Sintesis 4,4'-dihidroksidibenzalaseton antara Metode Konvensional dengan Metode dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	67
4.9.2 Perbandingan Rendemen Hasil Sintesis Dibenzalaseton dengan Pelarut Etanol dengan Sintesis Dibenzalaseton dengan Pelarut THF	68

	Halaman
4.9.3 Perbandingan Rendemen Hasil Sintesis 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton dengan Dibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	69
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	72
5.1 Kesimpulan	72
5.2 Saran.....	72
DAFTAR PUSTAKA	74
LAMPIRAN	78

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Indeks polaritas fase gerak 24
Tabel 4.1	Data persentase rendemen hasil sintesis 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton dengan bantuan iradiasi gelombang mikro .. 42
Tabel 4.2	Hasil uji kemurnian senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton secara KLT 44
Tabel 4.3	Data kromatogram GC-MS senyawa 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton 45
Tabel 4.4	Interpretasi data spektrum infra merah senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 49
Tabel 4.5	Interpretasi data spektrum H ¹ -NMR senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 50
Tabel 4.6	Interpretasi data spektrum C ¹³ -NMR senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 51
Tabel 4.7	Data persentase rendemen hasil sintesis dibenzalaseton dengan bantuan iradiasi gelombang mikro 53
Tabel 4.8	Hasil uji kemurnian senyawa dibenzalaseton secara KLT. ... 55
Tabel 4.9	Data titik leleh senyawa dibenzalaseton 56
Tabel 4.10	Data kromatogram GC-MS senyawa dibenzalaseton 57
Tabel 4.11	Interpretasi data spektrum infra merah senyawa dibenzalaseton 60
Tabel 4.12	Interpretasi data spektrum H ¹ -NMR senyawa dibenzalaseton 62
Tabel 4.13	Interpretasi data spektrum C ¹³ -NMR senyawa dibenzalaseton 63
Tabel 4.14	Data persentase rendemen hasil sintesis dibenzalaseton dengan pelarut etanol dengan bantuan iradiasi gelombang mikro 67
Tabel 4.15	Faktor pembeda prosedur sintesis dengan pembanding 69

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1	Struktur senyawa kurkumin, demetoksikurkumin, dan bidesmetoksikurkumin..... 3
Gambar 1.2	Struktur (<i>1E,4E</i>)-1,5-bis(4-hydroxyphenyl)penta-1,4-dien-3-one (IUPAC) dengan nama trivial 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton 5
Gambar 2.1	Struktur kimia senyawa kurkumin..... 8
Gambar 2.2	Mekanisme reaksi kondensasi aldol melalui mekanisme enol maupun enolat..... 11
Gambar 2.3	Reaksi kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i> (Wang, 2010) 11
Gambar 2.4	Struktur senyawa benzaldehida 18
Gambar 2.5	Struktur senyawa 4-hidroksibenzaldehida 19
Gambar 2.6	Struktur senyawa aseton 19
Gambar 2.7	Struktur senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 20
Gambar 2.8	Skema proses rekristalisasi 21
Gambar 2.9	Spektrum IR dari 4,4'-dihidroksidibenzalaseton (Saleh and Abdullah, 2006) 27
Gambar 2.10	Spektrum H^1 -NMR dari 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton (Saleh and Abdullah 2006) 29
Gambar 4.1	Uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dengan fase gerak <i>n</i> -heksana:etil asetat (2:3,v/v)..... 40
Gambar 4.2	Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 41
Gambar 4.3	Hasil uji kemurnian senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 43
Gambar 4.4	Kromatogram dari kromatografi gas senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 45
Gambar 4.5	Spektrum massa dari puncak pertama GCMS dari senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton hasil sintesis..... 46

Gambar 4.6	Spektrum massa dari puncak kedua GCMS dari senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton hasil sintesis	46
Gambar 4.7	Spektrum massa dari puncak ketiga GCMS dari senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton hasil sintesis	47
Gambar 4.8	Spektrum infra merah 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton hasil sintesis.....	48
Gambar 4.9	Spektrum H ¹ -NMR senyawa 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton	49
Gambar 4.10	Spektrum C ¹³ -NMR senyawa 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton	51
Gambar 4.11	Senyawa dibenzalaseton hasil sintesis.....	53
Gambar 4.12	Hasil uji kemurnian senyawa dibenzalaseton	55
Gambar 4.13	Kromatogram dari kromatografi gas senyawa dibenzalaseton	57
Gambar 4.14	Spektrum massa dari senyawa dibenzalaseton	58
Gambar 4.15	Fragmentasi dari senyawa dibenzalaseton.....	58
Gambar 4.16	Spektrum infra merah senyawa dibenzalaseton	60
Gambar 4.17	Spektrum H ¹ -NMR senyawa dibenzalaseton.....	62
Gambar 4.18	Spektrum C ¹³ -NMR senyawa dibenzalaseton.....	63
Gambar 4.19	Struktur senyawa dibenzalaseton.....	64
Gambar 4.20	Mekanisme reaksi pembentukkan 4,4'-dihidroksi-dibenzalaseton atau dibenzalaseton	65

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	Skema Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro 78
Lampiran B	Skema Sintesis Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro 79
Lampiran C	Skema Sintesis Senyawa Dibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro 80
Lampiran D	Perhitungan Berat Teoritis Sintesis 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 81
Lampiran E	Perhitungan Berat Teoritis Sintesis Dibenzalaseton 82
Lampiran F	Profil Kromatografi Gas dan Spektrum Massa Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 83
Lampiran G	Spektrum Inframerah Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dan Dibenzalaseton 86
Lampiran H	Perkiraan Spektrum H^1 -NMR dan C^{13} -NMR Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton dari Chemdraw 87
Lampiran I	Spektrum H^1 -NMR Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 88
Lampiran J	Spektrum C^{13} -NMR Senyawa 4,4'-dihidroksidibenzalaseton 90
Lampiran K	Profil Kromatografi Gas dan Spektrum Massa Senyawa Dibenzalaseton 91
Lampiran L	Perkiraan Spektrum H^1 -NMR dan C^{13} -NMR Senyawa Dibenzalaseton dari Chemdraw 93
Lampiran M	Spektrum H^1 -NMR Senyawa Dibenzalaseton 94
Lampiran N	Spektrum C^{13} -NMR Senyawa Dibenzalaseton 96