

**PERBANDINGAN METODE KONVENTIONAL DAN
IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS
SENYAWA
2,5-BIS(4-NITROBENZILIDEN)SIKLOPENTANON**



AGNI RAHMA FARADILLA

2443017132

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA
2021**

**PERBANDINGAN METODE KONVENTIONAL DAN
IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS
SENYAWA
2,5-BIS(4-NITROBENZILIDEN)SIKLOPENTANON**

SKRIPSI

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

OLEH :

AGNI RAHMA FARADILLA

2443017132

Telah disetujui pada tanggal 22 juni 2021 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 Pengaji



apt. Dra. 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: Sintesis 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon dari 4-nitrobenzaldehid dan Siklopentanon 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 sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

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

Surabaya, 20 Mei 2021



Agni Rahma Faradilla
2443017132

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 sangsi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 20 Mei 2021



Agni Rahma Faradilla
2443017132

ABSTRAK

PERBANDINGAN METODE KONVENTIONAL DAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS SENYAWA 2,5-BIS-(4- NITROBENZILIDEN)SIKLOPENTANON

**Agni Rahma Faradilla
2443017132**

Sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon merupakan salah satu senyawa turunan kurkumin yang dapat disintesis dari 4-nitrobenzaldehida dan siklopentanon dengan katalis basa NaOH 10% melalui kondensasi aldol silang. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon untuk membandingkan kedua metode sintesis yaitu metode konvensional serta metode dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. 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-nitrobenziliden)siklopentanon dengan metode konvensional sebesar 92,3 % dalam 90 menit dan metode iradiasi gelombang mikro sebesar 93,3 % dalam 4 menit. Dapat disimpulkan bahwa metode iradiasi gelombang mikro lebih baik dikarenakan mendapatkan hasil rendemen paling besar dan juga mempersingkat waktu untuk sintesis dibandingkan dengan metode konvensional.

Kata kunci: kondensasi aldol silang, 4-nitrobenzaldehida, 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon, iradiasi gelombang mikro, konvensional

ABSTRACT

COMPARISON OF CONVENTIONAL METHODS AND MICROWAVE IRRADIATION IN THE SYNTHESIS OF COMPOUNDS

2,5-BIS-(4-NITROBENZYLIDENE)CYCLOPENTANONE

Agni Rahma Faradilla

2443017132

The Synthesis Of 2,5-*bis*(4-nitrobenzylidene)cyclopentanone is a derivative of curcumin that can be synthesized from 4-nitrobenzaldehyde cyclopentanone with 10% NaOH as a base catalyst through cross aldol condensation. In this research, 2,5-*bis*(4-nitrobenzylidene)cyclopentanone was synthesized to compare the two synthesis methods, namely the conventional method and the method with the help of microwave irradiation. Thin Layer Chromatography (TLC) and melting point data indicate the purity of the synthesis results. Identification of the structure is shown by UV spectroscopy, Infrared (IR) spectroscopy, and RMI-¹H data. This study obtained the average percentage of the synthesis of 2,5-*bis*(4-nitrobenzylidene)cyclopentanone with the conventional method of 92.3% in 90 minutes and the microwave irradiation method of 93.3% in 4 minutes. It can be concluded that the microwave irradiation method is better because it gets the most significant yield and also shortens the time for synthesis compared to the conventional method.

Keywords: Cross aldol condensation, 4-nitrobenzaldehyde, 2,5-*bis*(4-nitrobenzylidene)cyclopentanone, microwave irradiation, conventional,

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala berkat dan rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul Perbandingan Metode Konvensional dan Iradiasi Gelombang Mikro Pada Sintesis Senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon. Penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi di Fakukas 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 sehanyak-banyaknya kepada:

1. Bapak apt. Drs. 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 apt. Dra. Emi Sukarti, M.Si., dan Ibu apt. Catherine Caroline, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pengaji yang telah memberikan kritik dan saran berarti bagi pengembangan penulisan skripsi ini.
4. Ibu Dr. apt. Monica Widyawati Setiawan, M.Sc., 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, terutama Pak Heri selaku laboran di Laboratorium Kimia Organik, Bu Evy selaku laboran di Laboratorium Bioanalisis dan Pak Dwi selaku laboran di Laboratorium Penelitian 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 saya yang telah memberikan support dalam segala hal

- sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi.
8. 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, 16 juni 2021



Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB 1 PENDAHULUHAN	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	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Tinjauan tentang kurkumin	6
2.2. Tinjauan tentang reaksi organik.....	8
2.3. Tinjauan tentang adisi nukelofilik pada gugus karbonil	8
2.3.1 Kondensasi aldol	8
2.3.2 Kondensasi aldol silang	9
2.4. Tinjauan tentang turunan dibenzilidensiklopentanon.....	10
2.4.1 Reaksi sintesis senyawa 2,5-dibenziliden siklopentanon	10
2.4.2 Reaksi sintesis senyawa 2,5-bis (4-nitrobenziliden)siklopentanon	11

HALAMAN

2.5.	Tinjauan tentang metode sintesis 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon	12
2.5.1	Metode konvensional	13
2.5.2	Metode iradiasi gelombang mikro.....	13
2.6.	Tinjauan tentang rekristalisasi.....	15
2.7.	Tinjauan tentang uji kemurnian hasil sintesis.....	17
2.7.1	Uji kromatografi lapis tipis	17
2.7.2	Uji titik leleh	19
2.8.	Tinjauan tentang identifikasi senyawa	19
2.8.1	Tinjauan spektroskopi ultra violet dan sinar tampak (UV-Vis).....	19
2.8.2	Tinjauan spektroskopi inframerah (IR).....	21
2.8.3	Tinjauan spektroskopi resonance magnet inti (RMI).....	22
2.9.	Tinjauan tentang bahan sintesis.....	23
2.9.1	Benzaldehida.....	23
2.9.2	Siklopentanon	24
2.9.3	4-nitrobenzaldehida.....	25
2.9.4	Etolan	25
2.9.5	Natrium hidroksida (NaOH)	25
2.10.	Tinjauan tentang senyawa hasil sintesis	26
2.10.1	2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopentanon	26
BAB 3 METODE PENELITIAN.....		27
3.1	Jenis penelitian	27
3.2	Alat dan bahan penelitian.....	27
3.2.1	Alat penelitian	27
3.2.2	Bahan penelitian.....	27

HALAMAN

3.3	Metodologi penelitian	28
3.4	Metode penelitian	28
3.4.1	Sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden) siklopentanon dengan metode konvensional.....	28
3.4.1.1	Penentuan kondisi optimum.....	28
3.4.1.2	Sintesis senyawa pada kondisi optimum terpilih.....	29
3.4.2	Sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden) siklopentanon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	29
3.4.2.1	Penentuan kondisi optimum	29
3.4.2.2	Sintesis senyawa pada kondisi optimum terpilih	30
3.5	Uji kemurnian hasil sintesis	31
3.5.1	Uji kromatografi lapis tipis (KLT)	31
3.5.2	Uji titik leleh	32
3.6	Identifikasi struktur senyawa hasil sintesis	32
3.6.1	Identifikasi dengan infra merah (IR)	32
3.6.2	Identifikasi spektroskopi ultra violet (UV/Vis)	32
3.6.3	Identifikasi dengan spektroskopi resonansi magnetik inti (RMI)	32
3.7	Analisis data.....	33
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN		34
4.1	Sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden) siklopentanon dengan metode konvensional	34
4.1.1	Penentuan kondisi optimum.....	34
4.1.2	Sintesis senyawa pada kondisi optimum terpilih.....	35
4.2	Sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden) siklopentanon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro.....	37
4.2.1	Penentuan kondisi optimum.....	37

HALAMAN

4.2.2 Sintesis senyawa pada kondisi optimum terpilih.....	39
4.3 Analisa hasil sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopantanon	40
4.3.1 Uji organoleptis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopantanon	40
4.3.2 Uji kromatografi lapis tipis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopantanon.....	41
4.3.3 Uji titik leleh senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopantanon.....	43
4.4 Uji identifikasi struktur senyawa senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopantanon	44
4.4.1 Identifikasi Menggunakan Spektrofotometer Ultra Violet (UV/Vis)	44
4.4.2 Identifikasi dengan infra merah (IR)	46
4.4.3 Identifikasi dengan spektroskopi resonansi magnetik inti (RMI)	47
4.5 Analisis data spectra.....	48
4.6 Perbandingan hasil sintesis senyawa 2,5-bis(4-nitrobenziliden)siklopantanon pada metode konvensional dan iradiasi gelombang mikro	50
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	53
5.1 Kesimpulan	53
5.2 Saran.....	53
DAFTAR PUSTAKA.....	54
LAMPIRAN	57

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 4.1 Data hasil optimasi sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanon metode konvensional.....	35
Tabel 4.2 Perhitungan rendemen hasil sintesis 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanon metode konvensional.....	37
Tabel 4.3 Data hasil optimasi sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanon metode iradiasi gelombang mikro.....	28
Tabel 4.4 Perhitungan rendemen hasil sintesis 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanon metode iradiasi gelombang mikro.....	40
Tabel 4.5 Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanon metode konvensional.....	42
Tabel 4.6 Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanon metode iradiasi gelombang mikro.....	43
Tabel 4.7 Data Titik Leleh Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)siklopantanon metode konvensional.	44
Tabel 4.8 Data Titik Leleh Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)siklopantanon metode iradiasi gelombang mikro	44
Tabel 4.9 Interpretasi data Spektrum Infra Merah Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)siklopantanon.....	47
Tabel 4.10 Interpretasi data spektrum RMI- 1H sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)Siklopantanon	48
Tabel 4.11 Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> -(4-nitrobenziliden) siklopantanon.....	51

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 1.1 (a) Struktur kurkumin, (b) Struktur 2,5-dibenzilidensiklopantanon	3
Gambar 1.2 Reaksi Sintesis Senyawa Turunan Benzaldehid.....	4
Gambar 2.1 (a) Kurkumin, (b) Demetoksikurkumin, dan (c) <i>Bis</i> -Demetoksikurkumin.....	7
Gambar 2.2 Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol	9
Gambar 2.3 Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol Silang.....	10
Gambar 2.4 Reaksi kondensasi benzaldehid dan siklopantanon	10
Gambar 2.5 Gugus Nitro pada senyawa 4-nitrobenzaldehida	11
Gambar 2.6 Struktur Benzaldehyda	24
Gambar 2.7 Struktur Siklopantanone	24
Gambar 2.8 Struktur 4-nitrobenzaldehid	25
Gambar 2.9 Struktur 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)siklopantanone	26
Gambar 4.1 Hasil uji KLT sampling sintesis 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanone metode konvensional.....	35
Gambar 4.2 Hasil sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanone metode konvensional.....	36
Gambar 4.3 Hasil uji KLT sampling sintesis 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanone metode iradiasi gelombang mikro.....	38
Gambar 4.4 Hasil sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanone metode iradiasi gelombang mikro.....	39
Gambar 4.5 Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanone metode konvensional.....	41
Gambar 4.6 Hasil Uji Kemurnian Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) siklopantanone metode iradiasi gelombang mikro	43

Halaman

Gambar 4.7 Hasil Uji spektrofotometer UV/Vis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)siklopantanon.....	45
Gambar 4.8 Hasil Uji spektrofotometer UV/Vis Senyawa 4-nitrobenzaldehida	45
Gambar 4.9 Perbandingan sistem tekonjugasi senyawa 4-nitrobenzaldehida(a), dan 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobeziliden)siklopantanon(b)	45
Gambar 4.10 Hasil Uji spektrofotometer IR Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)Siklopantanon	46
Gambar 4.11 Hasil Uji spektrofotometer IR Senyawa 4-nitrobenzaldehida	47
Gambar 4.12 Spektrum RMI- 1H sintesis senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)siklopantanon	48

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran A Skema Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-Nitrobenziliden)Siklopentanon Metode Konvensional	56
Lampiran B Skema Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-Nitrobenziliden) Siklopentanon Metode Konvensional.....	57
Lampiran C Skema Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-Nitrobenziliden)Siklopentanon Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro <i>Bis</i> -Demetoksikurkumin.....	58
Lampiran D Skema Sintesis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) Siklopentanon Dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro...	59
Lampiran E Perhitungan Berat Teoritis Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden)Siklopentanon	60
Lampiran F Spektrum Uv Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-Nitrobenziliden) Siklopentanon Dan Senyawa 4-nitrobenzaldehida	61
Lampiran G Spektrum Inframerah Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4-nitrobenziliden) Siklopentanon, 4-Nitrobenzaldehida, Dan Overlay	62
Lampiran H Perbesaran Spektrum Rmi- ¹ H Senyawa 2,5- <i>bis</i> (4- nitrobenziliden)Siklopentanon Dengan Program Mnova.....	63