

**PERBANDINGAN SINTESIS METODE
KONVENSIONAL DAN IRADIASI GELOMBANG
MIKRO PADA PEMBUATAN SENYAWA
2,2'-DIHIDROKSIDIBENZALASETON**



DIANA LUKY MIRNASARI

2443016009

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2020

**PERBANDINGAN METODE KONVENSIONAL DAN IRADIASI
GELOMBANG MIKRO DALAM SINTESIS SENYAWA
2,2'-DIHIDROKSIDIBENZALASETON**

SKRIPSI

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

OLEH :

DIANA LUKY MIRNASARI

2443016009

Telah disetujui pada tanggal 7 Juli 2020 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



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

Pembimbing II,



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

Mengetahui,
Ketua Penguji



Dr. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si.
NIK. 241.00.0437

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Perbandingan Metode Konvensional dan Iradiasi Gelombang Mikro dalam Sintesis Senyawa 2,2'-Dihidroksidibenzalaseton** 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, 26 Juni 2020



Diana Luky Mirnasari
2443016009

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, 26 Juni 2020



Diana Luky Mirnasari
2443016009

ABSTRAK

PERBANDINGAN SINTESIS METODE KONVENSIONAL DAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA PEMBUATAN SENYAWA 2,2'-DIHIDROKSIDIBENZALASETON

Diana Luky Mirnasari
2443016009

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan metode konvensional dan iradiasi gelombang mikro. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui metode yang lebih efisien untuk mensintesis senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton jika ditinjau dari jumlah rendemen hasil sintesis. Senyawa tersebut disintesis melalui reaksi kondensasi Claisen Schmidt dengan mereaksikan senyawa 2-hidroksibenzaldehid dengan aseton dalam suasana basa. Senyawa hasil sintesis dianalisis dengan KLT, titik leleh dan spektrofotometer inframerah. Senyawa yang terbentuk adalah senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton. Persentase rata-rata hasil sintesis yang dihasilkan metode konvensional adalah $72,67\% \pm 1,15$, sedangkan metode iradiasi gelombang mikro adalah $27,5\% \pm 4,33$. Metode iradiasi gelombang mikro menghasilkan rendemen yang lebih kecil diperkirakan karena adanya reaksi Cannizzaro yang menyebabkan terbentuknya senyawa lain. Berdasarkan rendemen hasil sintesis, maka dapat disimpulkan bahwa metode konvensional merupakan metode yang lebih efisien.

Kata kunci : 2,2'-dihidroksidibenzalaseton, 2-hidroksibenzaldehid, Kondensasi Claisen Schmidt, Konvensional, Iradiasi Gelombang Mikro.

ABSTRACT

COMPARISON OF CONVENTIONAL AND MICROWAVE IRRADIATION ASSISTANCE METHOD IN THE SYNTHESIS OF 2,2'-DIHYDROXYDIBENZALACETONE COMPOUND

Diana Luky Mirnasari
2443016009

In this research, the synthesis of 2,2'-dihydroxydibenzalacetone has been carried out by conventional and microwave irradiation methods. This research aim to discover more efficient methods of synthesizing 2,2'-dihydroxydibenzalacetone compound based on the the yield of synthesis. The compound was synthesized under Claisen Schmidt reaction by reacting 2-hydroxybenzaldehyde and acetone in base condition. The synthesized compounds were analyzed by TLC, melting point test, and infrared spectroscopy. The result of the synthesis is the 2,2'-dihydroxydibenzalacetone compound. The average percentage of synthesis produced by the conventional method was $72.67\% \pm 1.15$, while the microwave irradiation method was $27.5\% \pm 4.33$. The microwave irradiation method produces a smaller yield estimated because of the Cannizzaro reaction which causes the formation of other compounds. Based on the yield of the synthesis, the conclusion of the research is that the conventional method is the more efficient method.

Keywords : 2,2'-dihydroxydibenzalacetone, 2-hydroxybenzaldehyde, Claisen Schmidt Condensation, Conventional, Microwave Irradiation.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karunia-Nya, skripsi yang berjudul “**Perbandingan Metode Konvensional dan Iradiasi Gelombang Mikro dalam Sintesis Senyawa 2,2’-Dihidroksidibenzalaseton**” dapat terselesaikan. Penyusunan skripsi ini bertujuan untuk memenuhi persyaratan dalam memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama proses pembuatan naskah skripsi ini, yaitu:

1. Tuhan Yang Maha Esa yang karena karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi, Apt. selaku pembimbing I dan Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt. selaku pembimbing II yang senantiasa memberikan bimbingan dan pengarahan dari awal hingga akhir pengerjaan skripsi ini dengan sabar.
3. Dosen penguji Dr. Phil. Nat. E. Chaterina W., S.Si., M.Si dan Dr. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. yang telah memberikan saran dan masukan dalam perbaikan penyusunan naskah skripsi ini.
4. Penasehat Akademik (Drs.Y. Teguh Widodo, M.Sc., Apt.) yang sudah mendukung, memberi semangat dan, membantu memberi masukan.
5. Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya (Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., Apt) dan Kaprodi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya (F.V. Lanny Hartanti, S.Si.,M.Si) yang telah menyediakan fasilitas dan pelayanan yang terbaik selama pengerjaan skripsi ini.

6. Laboran yang sudah menyediakan alat-alat dan bahan-bahan yang diperlukan selama penelitian (Bapak Herijanto di Laboratorium Kimia Organik dan Mas Dwi di Laboratorium Penelitian).
7. Kedua orangtua yang senantiasa memberi kasih, perhatian, semangat serta dukungan secara moral, doa dan materil sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
8. Egin yang selalu mendukung dan memberi semangat.
9. Teman-teman seperjuangan sintesis yang selalu menemani, menyemangati, memberi masukan, dan membantu selama proses pembuatan skripsi khususnya Brenda Olivia, Shendy, Oksabri, Jessica, Fani, Kevin Theo, Laras, Veren, Katrin, dan Lisa Tan.
10. Kakak-kakak sintesis angkatan 2015 Ce Rena, Ko Ryan, Ce Arvin dan Ko William yang selalu membantu, memberikan masukan, berbagi ilmu, dan memberikan semangat.
11. Aurelia Monica, Brian serta Veronica Bella yang selalu memberikan perhatian dan juga membawa ke arah yang lebih baik. Terimakasih atas segala dukungan dan kesabarannya.
12. Teman-teman seperjuangan Ayu Sylvia, Rethalia, Cantya yang tidak pernah lelah mendengarkan keluh kesah dan mengisi hari-hari perkuliahan dengan menyenangkan.
13. Teman-teman Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya angkatan 2016, yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan skripsi ini dan juga pihak-pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan maupun pustaka, penulis menyadari kekurangan dalam penyusunan skripsi ini. Akhir kata,

penulis sangat mengharapkan kritik dan saran agar naskah skripsi ini dapat lebih baik. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca. Terimakasih.

Surabaya, 26 Juni 2020

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Penelitian	1
1.2. Perumusan Masalah	5
1.3. Tujuan Penelitian	5
1.4. Hipotesis Penelitian	6
1.5. Manfaat Penelitian	6
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1. Tinjauan Reaksi Sintesis Organik	7
2.1.1. Reaksi Organik	7
2.1.2. Kondensasi Aldol	7
2.1.3. Kondensasi Aldol Silang	8
2.1.4. Kondensasi Claisen-Schmidt	8
2.1.5. Reaksi Cannizaro	9
2.2. Tinjauan Reaksi Sintesis 2,2'-dihidroksidibenzalaseton	10
2.3. Tinjauan tentang Metode Sintesis Turunan Dibenzalaseton	11
2.3.1. Sintesis Turunan Dibenzalaseton secara Konvensional	11
2.3.2. Sintesis Turunan Dibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	13
2.4. Tinjauan tentang <i>Green Chemistry</i>	14

	Halaman
2.5. Tinjauan Metode Sintesis Iradiasi Gelombang Mikro	15
2.6. Tinjauan tentang Senyawa yang Digunakan untuk Sintesis	17
2.6.1. 2-hidroksibenzaldehida	17
2.6.2. Etanol	18
2.6.3. Aseton	18
2.6.4. Asam Asetat	18
2.6.5. Natrium Hidroksida.....	19
2.7. Tinjauan tentang Senyawa Hasil Sintesis	19
2.7.1. 2,2'-dihidroksidibenzalaseton	19
2.8. Tinjauan tentang Rekristalisasi	20
2.9. Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	21
2.9.1. Pengujian Titik Lebur	21
2.9.2 Uji Kromatografi Lapis Tipis	22
2.10. Tinjauan tentang Identifikasi Senyawa	24
2.10.1. Tinjauan tentang Sprektroskopi Inframerah	24
BAB 3 METODE PENELITIAN	26
3.1. Jenis Penelitian	26
3.2. Alat dan Bahan Penelitian	26
3.2.1. Alat.....	26
3.2.2. Bahan	26
3.3. Metodologi Penelitian.....	27
3.4. Tahapan Penelitian	27
3.4.1. Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton secara Konvensional.....	28
3.4.2. Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional	29

	Halaman
3.4.3. Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....	30
3.4.4. Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....	31
3.4.5. Uji Kemurnian Hasil Sintesis	32
3.4.6. Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	33
3.4.7. Analisis data.....	33
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	34
4.1. Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton secara Konvensional	34
4.2. Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton secara Konvensional	35
4.3. Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....	36
4.4. Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	38
4.5. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	39
4.5.1. Uji Organoleptis Senyawa Hasil Sintesis	39
4.5.2. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis dengan Kromatografi Lapis Tipis	40
4.5.3. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis dengan Titik Leleh	41
4.6. Identifikasi Struktur Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton	42
4.6.1. Identifikasi Struktur Senyawa dengan Spektroskopi Infra Merah	42
4.7. Perbandingan Hasil Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional dan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	46

	Halaman
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	51
5.1. Kesimpulan.....	51
5.2. Saran	51
DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN	57

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1	Data Rendemen Hasil Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional dalam Berbagai Kondisi35
Tabel 4.2	Data Persentase Hasil Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional....36
Tabel 4.3	Data Rendemen Hasil Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro dalam Berbagai Kondisi.....37
Tabel 4.4	Data Persentase Hasil Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro39
Tabel 4.5	Nilai Rf KLT Senyawa 2,2'-Dihidroksidibenzalaseton40
Tabel 4.6	Hasil Uji Titik Leleh Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton41
Tabel 4.7	Serapan Inframerah Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton44
Tabel 4.8	Perbandingan Persentase Hasil Sintesis Senyawa 2,2'- dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional dan Iradiasi Gelombang Mikro.....48

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1	Struktur Senyawa Kurkuminoid2
Gambar 1.2	Struktur Alkil Sinamat3
Gambar 1.3	Struktur Dibenzalaseton3
Gambar 1.4	Reaksi Sintesis 2,2'-dihidroksidibenzalaseton.....4
Gambar 2.1	Mekanisme Reaksi Kondensasi Aldol8
Gambar 2.2	Contoh Mekanisme Kondensasi Claisen-Schmidt pada Sintesis Khalkon9
Gambar 2.3	Gambar Mekanisme Reaksi Cannizzaro9
Gambar 2.4	Mekanisme Reaksi Pembentukan Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton10
Gambar 2.5	Struktur Senyawa 2-hidroksibenzaldehida17
Gambar 2.6	Struktur Senyawa Aseton18
Gambar 2.7	Struktur Senyawa Asam Asetat18
Gambar 2.8	Struktur Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton19
Gambar 4.1	Kromatogram KLT Hasil Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional Dalam Berbagai Kondisi35
Gambar 4.2	Kromatogram KLT Hasil Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro dalam Berbagai Kondisi37
Gambar 4.3	Kristal Hasil Sintesis dengan Metode Konvensional (a) dan Metode Iradiasi Gelombang Mikro (b)39
Gambar 4.4	Hasil Kromatografi Lapis Tipis Replikasi Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional40
Gambar 4.5	Spektrum Inframerah Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Pelet KBr43
Gambar 4.6	Spektra IR Senyawa Awal 2-hidroksibenzaldehid dengan Metode Pelet KBr44

Halaman

Gambar 4.7	Reaksi Kondensasi Claisen Schmidt dalam Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton	47
Gambar 4.8	Reaksi Cannizzaro pada Senyawa Awal 2-hidroksibenzaldehid.....	50

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	Skema Penentuan Kondisi Optimum Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional....57
Lampiran B	Skema Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Konvensional58
Lampiran C	Skema Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....59
Lampiran D	Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro.....60
Lampiran E	Perhitungan Berat Teoritis Sintesis Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton.....61
Lampiran F	Spektrum Infra Merah Senyawa 2,2'-dihidroksidibenzalaseton62
Lampiran G	Spektrum Infra Merah Reaktan (2-hidroksibenzaldehid) ...63
Lampiran H	Spektrum Infra Merah Reaktan Berdasarkan Pustaka (2-hidroksibenzaldehid).....64