

**SINTESIS SENYAWA 1,5-BIS(4-HIDROKSI-3-METOKSIFENIL)PENTA-
1,4-DIEN-3-ON DENGAN VARIASI MOL VANILIN
MELALUI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT
TEKNIK PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
CHAFIDZOTUL ULUM
NIM. 12630103



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIMMALANG
2016**

**SINTESIS SENYAWA 1,5-BIS(4-HIDROKSI-3-METOKSIFENIL)PENTA-
1,4-DIEN-3-ON DENGAN VARIASI MOL VANILIN
MELALUI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT
TEKNIK PENGGERUSAN**

SKRIPSI

**Oleh:
CHAFIDZOTUL ULUM
NIM. 12630103**

**Diajukan kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS SENYAWA 1,5-BIS(4-HIDROKSI-3-METOKSIFENIL)PENTA-
1,4-DIEN-3-ON DENGAN VARIASI MOL VANILIN
MELALUI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT
TEKNIK PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
CHAFIDZOTUL ULUM
NIM. 12630103

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 24 Oktober 2016

Pembimbing I


Rachmawati W. Gusni, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Pembimbing II


Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS SENYAWA 1,5-BIS(4-HIDROKSI-3-METOKSIFENIL)PENTA-
1,4-DIEN-3-ON DENGAN VARIASI MOL VANILIN
MELALUI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT
TEKNIK PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
CHAFIDZOTUL ULUM
NIM. 12630103

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 24 Oktober 2016

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 200312 1 004	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

اخلاص تفاني

الحمد لله على كل حال و نعمة, قد اتممت هذه الأطروحة بإذنه.
اهديت هذه الأطروحة ل:

أمي و أبي و أختي و زوج أختي و عائلتي
الذين ساندوني و اعطوني المودة الكثيرة ما اقوى ان اجزيكم بأي شيء.
و أصدقائي (جيفا و جيمي و جينتا)
و أصدقائي في اصطناع المركب العضوي (فردا و كاكا ميل و اكونغ)
و أصدقائي السوري (مرام خبية و منار خبية)
شكرا جزيلا لكم, قد جعلتم قصة حياتي اجمل قصة, بدونكم انا لا احد.
أسأل الله ان يحفظكم اينما كنتم و يجزيكم خير جزاء.
كثير بحبكم انا.

MOTTO

وَعَسَى أَنْ تَكْرَهُوا شَيْئًا وَهُوَ خَيْرٌ لَكُمْ وَعَسَى أَنْ تُحِبُّوا شَيْئًا وَهُوَ شَرٌّ لَكُمْ وَاللَّهُ يَعْلَمُ وَأَنْتُمْ لَا تَعْلَمُونَ
﴿البقرة : ٢١٦﴾

وَاصْبِرْ لِحُكْمِ رَبِّكَ فَإِنَّكَ بِأَعْيُنِنَا وَسَبِّحْ بِحَمْدِ رَبِّكَ حِينَ تَقُومُ
﴿الطور : ٤٨﴾

**Trust in Allah and never lose hope cause Allah is always by
your side (Maher Z)**

**Jagalah hablumminallah dan hablumminannas, maka
kebahagiaan akan menyertaimu (Lukluk Rasyeed)**

**Life is like a camera. Focus on what's important and you'll
capture it perfectly**

**Be less curious about people and more curious about idea
(Marie Curie)**

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Chafidzotul Ulum

Nim : 12630103

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan Variasi Mol Vanilin Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt Teknik Penggerusan"

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 28 Oktober 2016

Yang membuat pernyataan,



Chafidzotul Ulum

NIM. 12630103

KATA PENGANTAR

بسم الله الرحمن الرحيم

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada hamba-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas skripsi yang berjudul **“Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan Variasi Mol Vanilin Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt Teknik Penggerusan”** dengan tepat waktu, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Shalawat dan salam tak lupa penulis sampaikan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW serta keluarga, sahabat dan para pengikutnya yang setia hingga akhir zaman, karenanya mendapat pencerahan menuju jalan yang lurus dan jalan yang diridhoi.

Selama proses menyelesaikan skripsi ini, penulis mengerjakan dengan semaksimal mungkin dan tentunya tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Maka penulis mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si. selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. drh. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku pembimbing yang telah sedemikian sabar membimbing penulis.
5. Bapak Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku pembimbing agama yang telah memberikan masukan dalam menyelesaikan naskah skripsi ini.
6. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc. selaku konsultan yang telah meluangkan waktu untuk membimbing dan membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Ibu Eny Yulianti, M.Si. selaku penguji utama yang telah meluangkan waktu untuk membantu penulis dalam menyelesaikan naskah skripsi ini.
8. Ibu Suci Amalia, M.Sc. selaku dosen wali yang telah banyak memberikan bantuan, motivasi, dan dukungan dari awal penulis masuk jurusan Kimia.

9. Kedua orang tua dan seluruh keluarga besar yang selalu memberikan doa, semangat, dan motivasi kepada penulis untuk menuntut ilmu.
10. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan, wawasan sebagai pedoman serta bekal bagi penulis.
11. Seluruh staf laboratorium dan staf administrasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, terimakasih atas bantuannya.
12. Farda Farchana, Wardah el-Maila dan Agung sebagai sahabat sintesis organik yang tak lelah berjalan bersama dalam payung suka dan duka.
13. Teman-teman Jurusan Kimia khususnya angkatan 2012 serta mahasiswa Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan motivasi, informasi, dan masukannya.
14. Teman-teman CSS MoRA UIN Maulana Malik Ibrahim Malang khususnya angkatan 2012 tahfidz yang telah memberikan motivasi.
15. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama pengerjaan naskah skripsi sampai dengan tugas ini selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa masih banyak terdapat kekurangan dalam penyusunan tugas skripsi ini. Namun demikian dengan segala keterbatasan dan kemampuan yang ada, penulis telah berusaha untuk menyelesaikan tugas skripsi dengan sebaik-baiknya. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan kritik yang kiranya dapat membawa ke arah yang lebih baik. Akhir kata semoga skripsi ini dapat diambil manfaatnya oleh semua pihak, khususnya bagi pembaca. Amin.

Malang, 24 Oktober 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
HALAMAN MOTTO	v
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR PERSAMAAN.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat	7
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 8
2.1 Vanilin.....	8
2.2 Aseton	9
2.3 Modifikasi Struktur Vanilin	10
2.4 Kondensasi Claisen-Schmidt	12
2.5 Identifikasi Senyawa Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	19
2.6 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis	20
2.6.1 Spektrofotometer FTIR	20
2.6.2 KG-SM.....	21
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 23
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan.....	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan.....	23
3.3 Rancangan Penelitian	23
3.4 Tahapan Penelitian	24
3.5 Prosedur Penelitian.....	24
3.5.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on	24
3.5.2 Identifikasi Senyawa Target Menggunakan Metode KLT	25
3.5.3 Karakterisasi Senyawa Produk Hasil Sintesis.....	26
3.5.3.1 Karakterisasi Sifat Fisika dan Kimia.....	26

3.5.3.2 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	26
3.5.3.3 Karakterisasi Menggunakan KG-SM.....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
4.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on	27
4.2 Identifikasi Senyawa Target Menggunakan Metode KLT	29
4.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis	31
4.3.1 Karakterisasi Sifat Fisika dan Kimia.....	31
4.3.2 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR	33
4.3.3 Karakterisasi Menggunakan KG-SM.....	36
4.4 Modifikasi Struktur Vanilin dalam Perspektif Islam	38
BAB V PENUTUP	42
4.1 Kesimpulan	42
4.2 Saran	42
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Variasi mol reaktan dan hasil.....	15
Tabel 2.2	Hasil karakterisasi produk sintesis menggunakan KGSM.....	22
Tabel 3.1	Variasi mol aseton:vanillin pada sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on.....	25
Tabel 4.1	Massa produk hasil sintesis.....	29
Tabel 4.2	Nilai Rf dan warna spot hasil KLT	30
Tabel 4.3	Sifat fisika produk hasil sintesis.....	31
Tabel 4.4	Hasil uji basa produk hasil sintesis	32
Tabel 4.5	Pergeseran bilangan gelombang antara senyawa vanilin dan senyawa hasil sintesis.....	35

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Reaksi pembentukan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on tau divanililaseton	3
Gambar 2.1	Struktur senyawa vanilin.....	8
Gambar 2.2	Struktur senyawa aseton.....	10
Gambar 2.3	Pembentukan anion enolat senyawa aseton	16
Gambar 2.4	Pembentukan anion alkoksida.....	17
Gambar 2.5	Penetralkan anion alkoksida.....	17
Gambar 2.6	Pembentukan senyawa 5-(4-(dimetilamino)fenil)-5-hidroksipentan-2-on	18
Gambar 2.7	Pembentukan anion alkoksida.....	18
Gambar 2.8	Penetralkan anion alkoksida.....	18
Gambar 2.9	Pembentukan senyawa 4-dimetilaminodibenilaseton.....	19
Gambar 2.10	Ion molekuler senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on	22
Gambar 4.1	Dugaan mekanisme reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin, aseton dan NaOH	28
Gambar 4.2	Dugaan reaksi antara garam produk dan HCl	29
Gambar 4.3	Hasil KLT pada panjang gelombang 366 nm	30
Gambar 4.4	Produk sebelum dan sesudah penambahan NaOH.....	32
Gambar 4.5	Dugaan reaksi antara senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dan NaOH	33
Gambar 4.6	Spektra FTIR vanilin dan produk variasi 1:1 – 1:3.....	34
Gambar 4.7	Struktur senyawa benzaldehid dan vanilin.....	35
Gambar 4.8	Kromatogram KG.....	36
Gambar 4.9	Spektra massa puncak satu.....	36
Gambar 4.10	Pola fragmentasi vanilin 1	37
Gambar 4.11	Pola fragmentasi vanilin 2	37

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Penentuan nilai R_f	19
---------------	-----------------------------	----



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir penelitian.....	47
Lampiran 2	Perhitungan bahan.....	51
Lampiran 3	Dokumentasi	59
Lampiran 3	Spektra FTIR	61
Lampiran 3	Kromatogram KG.....	64
Lampiran 3	Spektra MS.....	65



ABSTRAK

Ulum, C. 2016. **“Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt dengan Variasi Mol Vanilin Teknik Penggerusan”**. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd. Konsultan: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Kata kunci: Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on, kondensasi Claisen-Schmidt dan penggerusan.

Senyawa vanilin memiliki aktivitas antikanker yang lemah dengan nilai IC_{50} sebesar 1.360,17 $\mu\text{g/mL}$. Modifikasi struktur vanilin dilakukan untuk meningkatkan aktivitas antikanker vanilin. Senyawa vanilin dapat dimodifikasi menjadi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on yang merupakan senyawa antikanker dengan nilai IC_{50} sebesar 10,26 $\mu\text{g/mL}$. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk melakukan sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan teknik penggerusan.

Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on disintesis melalui kondensasi Claisen-Schmidt. Sintesis dilakukan menggunakan teknik penggerusan antara senyawa vanilin dan aseton dengan katalis basa berupa padatan NaOH 60 % (terhadap vanilin, b/b). Teknik penggerusan merupakan teknik pencampuran dengan cara menumbuk reaktan dalam mortar. Pada penelitian ini digunakan variasi mol aseton terhadap vanilin masing-masing yaitu 1:1; 1:1,5; 1:2, 1:2,5 dan 1:3.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk hasil sintesis memiliki karakter fisik yaitu kristal berwarna kuning dengan titik leleh 68-78 $^{\circ}\text{C}$, tidak larut di dalam air namun larut dalam etanol dan kloroform. Uji kimia menunjukkan adanya perubahan warna dari kuning menjadi merah setelah penambahan basa NaOH. Hasil KLT menunjukkan bahwa spot 2 diduga kuat sebagai senyawa target dengan nilai R_f 0,63. Berdasarkan hasil FTIR diperoleh serapan gugus $-\text{OH}$ (3180 - 3185 cm^{-1}), $-\text{C}=\text{O}$ (1666 - 1670 cm^{-1}), $-\text{Csp}^2\text{-H}$ (3026 - 3074 cm^{-1}), $-\text{Csp}^3\text{-H}$ (2860 cm^{-1}), $-\text{C-H}$ aldehyd (2733 - 2744 cm^{-1}) dan $-\text{C}=\text{C}$ (1588 - 1601 cm^{-1}) yang memiliki kemiripan dengan spektra FTIR vanilin. Puncak tunggal hasil kromatogram KG-SM merupakan senyawa vanilin dengan *base peak* m/z 150,9.

ABSTRACT

Ulum, C. 2016. **“Synthesis of 1,5-bis(4-hydroxy-3-metoxypheyl)penta-1,4-dien-3-one Through Claisen-Schmidt Condensation with Moles Variety of Vanillin by Grinding Technique”**. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd. Consultant: Ahmad Hanapi, M.Sc.

Keywords: 1,5-bis(4-hydroxy-3-metoxypheyl)penta-1,4-dien-3-one, Claisen-Schmidt condensation and grinding technique

Vanillin has weak anticancer activity with IC_{50} value 1.360,17 $\mu\text{g/mL}$. Structure modification of vanillin is made to enhance the anticancer activity of it. Vanillin can be modified into compound 1,5-bis(4-hydroxy-3-metoxypheyl)penta-1,4-dien-3-one which an anticancer compound with IC_{50} value 10,26 $\mu\text{g/mL}$. The purpose of this research is to synthesize compound 1,5-bis(4-hydroxy-3-metoxypheyl)penta-1,4-dien-3-one by grinding technique.

Compound 1,5-bis(4-hydroxy-3-metoxypheyl)penta-1,4-dien-3-one is synthesized through Claisen-Schmidt condensation reaction by grinding vanillin, acetone and sodium hydroxide 60 % in solid as a catalyst. Grinding technique is a technique of mixing by grinding reactants (vanillin and acetone) and catalyst in a mortar. Moles variety of acetone and vanillin are 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5 and 1:3.

The result showed that the physical caharacters of product are yellow crystal, melting point 68-78 $^{\circ}\text{C}$, insoluble in water but soluble in ethanol and chloroform. Chemical test showed a colour change from yellow to red after the addition of NaOH. The result of thin layer chromatography showed that the spot 2 is a target compound with R_f value 0,63. Based on the spectra of FTIR showed there are absoption of $-\text{OH}$ (3180 - 3185 cm^{-1}), $-\text{C}=\text{O}$ (1666 - 1670 cm^{-1}), $-\text{Csp}^2-\text{H}$ (3026 - 3074 cm^{-1}), $-\text{Csp}^3-\text{H}$ (2860 cm^{-1}), $-\text{C}-\text{H}$ aldehyd (2733 - 2744 cm^{-1}) and $-\text{C}=\text{C}$ (1588 – 1601 cm^{-1}) which have similarities with the FTIR spectra of vanillin. Single peak of GC-MS is a peak of vanilin with a base peak m/z 150,9.

الملخص

العلوم, حافظة. ٢٠١٦. اصطناع مركب ١,٥-بيس(٤-هيدروكسي-٣-ميثكسي فينيل) بينتا-١,٤-دينا-٣-اون من خلال كلايسين-ثميت التكثيف مع الاختلاف مول فانيليا باسلوب الطحن. المشرفة الأولى : رحماني نينجسية الماجستير العالمية. المشرف الثاني: احمد ابطنخي الماجستير . المستشار: احمد حنفي الماجستير العالمي.

كلمات البحث: مركب ١,٥-بيس(٤-هيدروكسي-٣-ميثكسي فينيل) بينتا-١,٤-دينا-٣-اون, كلايسين-ثميت التكثيف و اسلوب الطحن.

الفانيليا له نشاط ضعيف لمضاد السرطان مع نتيجة IC₅₀ ١٣٦٠,١٧ ميكروغرام / مليلتر. يقام التعديل هيكل فانيليا لزيادة النشاط المضاد السرطان. يعدل الفانيليا الى المركب ١,٥-بيس(٤-هيدروكسي-٣-ميثكسي فينيل) بينتا-١,٤-دينا-٣-اون لأنه مركب المضاد السرطان مع نتيجة IC₅₀ ١٠,٢٦ ميكروغرام / مليلتر. اما الهدف هذا البحث هو لإصطناع المركب المستهدف باسلوب الطحن.

يعدل المركب المستهدف من خلال كلايسين-ثميت التكثيف. حمل التعديل باسلوب الطحن الفانيليا و الأسيتون و الصوديوم هيدروكسيد ٦٠ ٪ (الى الفانيليا) لحفز. اسلوب الطحن هو اسلوب الإختلاط المواد المتفاعلة في هاون. واختلاف مول بين الأسيتون و الفانيليا اي ١:١؛ ١,٥:١؛ ١:٢؛ ٢,٥:١ و ١:٣.

ظهرت نتيجة البحث ان توصيف لنتائج الاصطناع اي بلورات صفراء مع درجة الانصهار ٦٨-٧٨ °C , غير قابل للذوبان في الماء لكن قابل للذوبان في الإيثانول و الكلوروفورم. ظهر اختبار الكيميائية على التغيير اللون اي من الأصفر الى الأحمر بعد زيادة الصوديوم هيدروكسيد. زعمت نقطة الثانية لنتيجة الطبقة الرقيقة اللون بالمركب المستهدف مع قيمة الترددات اللاسلكية ٦٣,٠٠. ظهرت نتيجة تحويل فورييه مطياف الأشعة تحت الحمراء على وجود OH (٣١٨٠ - ٣١٨٥ سم^{-١}), C=O (١٦٦٦ - ١٦٧٠ سم^{-١}), H-Csp^٢ (٣٠٢٦ - ٣٠٧٤ سم^{-١}), C-H ألدهيدات (٢٧٣٣ - ٢٧٤٤ سم^{-١}) و C=C (١٥٨٨ - ١٦٠١ سم^{-١}) و تشابه H-Csp^٢ (٢٨٦٠ سم^{-١}).

الطيف بطيف فانيليا. دلت ذرورة واحدة من الفصل اللوني للغاز - التحليل الطيفي الشامل انھا
فانيليا مع قاعدة الذرورة م/ز ١٥٠,٩.



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah berfirman dalam al Quran surat asy Syu'ara (26) ayat 7-8:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً وَمَا كَانَ أَكْثَرُهُمْ مُؤْمِنِينَ ﴿٨﴾

Artinya: *“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik? Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat suatu tanda kekuasaan Allah. Dan kebanyakan mereka tidak beriman (QS. asy Syuara : 7-8)”*.

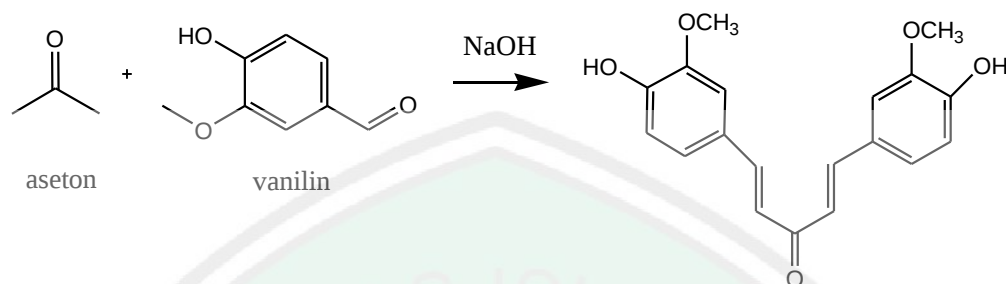
Shihab (2003), menyatakan bahwa yang dimaksud dengan *zauj karim* pada ayat 7 surat asy Syu'ara adalah tumbuhan yang baik, yaitu tumbuhan yang subur dan bermanfaat. Salah satu tumbuhan yang termasuk dalam ayat tersebut adalah vanilla. Ekstrak buah vanilla mengandung senyawa vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida (Handayani, 2011). Senyawa vanilin banyak dimanfaatkan sebagai bahan aditif makanan dan minuman.

Senyawa vanilin merupakan senyawa turunan benzaldehid yang termasuk dalam golongan fenolik dan memiliki tiga gugus utama, yaitu aldehida, alkohol dan eter (Kumar dkk, 2012). Senyawa turunan benzaldehid berpotensi sebagai antioksidan (Handayani dan Arty, 2008), zat warna (Budimarwanti dan Handayani, 2010), tabir surya (Prabawati, dkk. 2014) dan antikanker. Penelitian tentang vanilin telah dilakukan oleh Handayani, dkk. (2013) yang menunjukkan bahwa senyawa tersebut memiliki nilai IC_{50} sebesar 1.360,17 $\mu\text{g/mL}$ dalam menghambat sel kanker HeLa (kanker serviks). Aktivitas antikanker vanilin tersebut masih lemah sehingga diperlukan adanya modifikasi struktur vanilin.

Modifikasi struktur vanilin telah banyak dilakukan, salah satunya melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt yang melibatkan suatu keton atau aldehid yang memiliki hidrogen alfa. Menurut Budimarwanti dan Handayani (2010), sintesis senyawa organik melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt lebih efektif menggunakan katalis basa daripada katalis asam. Azizah (2015) melakukan sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dari vanilin dan asetofenon menggunakan metode konvensional yaitu refluks dengan pelarut etanol. Sintesis dilakukan menggunakan katalis basa NaOH 60 % (v/v) dengan variasi mol reaktan. Rasio mol vanilin dan asetofenon yang digunakan adalah 1:1, 1:1,5 dan 1,5:1. Rendemen terbesar yaitu 76,56 % pada rasio mol vanilin:asetofenon (1,5:1).

Handayani, dkk. (2013) melakukan sintesis senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on dan 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dari vanilin dan aseton melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt menggunakan katalis NaOH. Sintesis dilakukan menggunakan pelarut air di dalam penangas es dan diperoleh rendemen berturut-turut 73,86 % dan 9,50 %. Senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on dan 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on memiliki potensi sebagai agen kemopreventif terhadap sel kanker Hela (kanker serviks) yang ditunjukkan dengan nilai IC_{50} berturut-turut yaitu 51,68 $\mu\text{g/mL}$ dan 10,26 $\mu\text{g/mL}$. Berdasarkan penelitian tersebut diketahui bahwa senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on memiliki aktivitas lebih baik daripada senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on dalam menghambat sel kanker Hela (kanker serviks). Gambar 1.1 menunjukkan reaksi pembentukan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-

metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dari vanilin dan aseton menggunakan katalis basa NaOH.



1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on

Gambar 1.1 Reaksi pembentukan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on atau divanililaseton (Handayani, 2013)

Asiri, dkk., (2014) mereaksikan senyawa 3-asetil-2,5-dimetiltiofen (0,029 mol) dan tereptalaldehida (0,014 mol) melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dalam suasana basa NaOH dengan pelarut etanol 95%, menggunakan teknik radiasi ultrasonik pada temperatur 30-35 °C selama 5 menit. Hasil sintesis yaitu senyawa 3,3-(1,4-fenilen)bis[1-(2,5-dimetil-3-tienil)prop-2-en-1-on] berupa padatan berwarna kuning tua dengan rendemen sebesar 75%. Susanti dkk., (2014) melakukan sintesis senyawa 2',6'-dihidroksi-3,4-dimetoksi kalkon dengan mereaksikan senyawa 2,6-dihidroksiasetofenon dan 3,4-dimetoksibenzaldehid dalam suasana basa NaOH melalui kondensasi Claisen-Schmidt. Sintesis dilakukan menggunakan metode konvensional dan teknik penggerusan. Metode konvensional dilakukan dengan mencampur reaktan dan katalis menggunakan stirrer pada temperatur ruang selama 24 jam dan diperoleh rendemen sebesar 65 %. Teknik penggerusan dilakukan dengan menggerus reaktan dan katalis menggunakan mortar dan alu pada temperatur ruang selama 15 menit, rendemen yang diperoleh yaitu 70 %. Fitriyani (2015) melakukan sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan variasi jenis dan konsentrasi katalis basa

melalui kondensasi Claisen-Schmidt dengan teknik penggerusan yang menghasilkan rendemen terbaik sebesar 78,9 % menggunakan katalis NaOH 60 % (b/b). Rahman, dkk. (2012) telah melakukan sintesis senyawa dibenzalaseton dari aseton dan benzaldehid dengan teknik penggerusan pada temperatur ruang selama 5 menit menggunakan katalis NaOH 20 % mol (terhadap benzaldehid). Rasio mol aseton dan benzaldehid yang digunakan adalah 1:2, >5:1 dan 1:>3. Sintesis tersebut menghasilkan senyawa dibenzalaseton dengan rendemen terbesar 98 % pada rasio mol aseton dan benzaldehid (1:>3).

Selain menggunakan metode konvensional, sintesis senyawa organik juga dapat dilakukan dengan metode *Green Synthesis*. Metode *Green Synthesis* mengarahkan pada pengurangan penggunaan bahan kimia, sehingga metode ini lebih ekonomis dan ramah lingkungan (Rateb dan Zohdi, 2009). Berbeda dengan metode konvensional, seperti refluks yang menggunakan pelarut dan panas dalam pelaksanaannya sehingga menghasilkan limbah yang berpotensi merusak lingkungan sebagaimana firman Allah dalam al Quran surat ar Ruum (30) ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar) (QS. ar Ruum: 41).”

Menurut Shihab (2003), kata *zhahara alfasad* pada surat ar Ruum ayat 41 adalah kerusakan yang tampak oleh mata karena berada di permukaan bumi. Kerusakan tersebut diakibatkan oleh perbuatan manusia dan Allah menampakkannya sebagai akibat dari perbuatan manusia itu sendiri. Oleh karena itu, manusia sebagai *khalifah* di bumi hendaknya dapat menjaga keindahan

lingkungan dan meminimalisir kerusakan di bumi. *Solvent free* (tanpa pelarut) dengan teknik penggerusan merupakan aplikasi dari metode *Green Synthesis*. Teknik penggerusan memiliki beberapa kelebihan diantaranya, mudah dilakukan yaitu dengan cara menumbuk reaktan dalam mortar (Fitriyani, 2015), tidak menggunakan panas (menggunakan temperatur ruang), waktu reaksi yang relatif singkat (5-30 menit), rendemen yang baik, lebih ramah lingkungan karena mengurangi penggunaan pelarut dalam pelaksanaannya sehingga dapat meminimalisir limbah yang dihasilkan (Susanti, dkk., 2014).

Berdasarkan uraian tersebut, maka perlu kiranya dilakukan sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on seperti yang telah disintesis oleh Handayani dkk (2013) menggunakan metode yang berbeda yaitu teknik penggerusan untuk memperoleh rendemen yang lebih besar. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on melalui kondensasi Claisen–Schmidt dengan teknik *penggerusan* menggunakan katalis basa NaOH. Penelitian Rahman, dkk. (2012) dan Azizah (2015) menunjukkan bahwa variasi mol reaktan berpengaruh terhadap rendemen hasil yang diperoleh. Sehingga, pada penelitian ini akan dilakukan variasi mol vanilin untuk mengetahui perbandingan mol reaktan yang menghasilkan rendemen terbesar. Hasil sintesis dari masing-masing variasi selanjutnya diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Karakterisasi senyawa hasil sintesis dilakukan menggunakan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan KG-SM (Kromatografi Gas–Spektrofotometer Massa).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang, maka diperoleh rumusan masalah yaitu bagaimana karakterisasi hasil sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on melalui kondensasi Claisen–Schmidt dengan teknik penggerusan?

1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah, tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakterisasi hasil sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on melalui kondensasi Claisen–Schmidt dengan teknik penggerusan.

1.4 Batasan masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain adalah:

1. Sintesis senyawa dilakukan menggunakan teknik penggerusan pada temperatur ruang selama 15 menit.
2. Perbandingan mol aseton:vanilin adalah 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5 dan 1:3.
3. Katalis yang digunakan adalah katalis basa berupa padatan NaOH 60 % (b/b, terhadap vanilin).
4. Hasil sintesis diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).
5. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan KG-SM (Kromatografi Gas–Spektrofotometer Massa).

1.5 Manfaat

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang modifikasi struktur vanilin melalui metode *Green Synthesis* dengan teknik penggerusan yang lebih ekonomis, mudah dan ramah lingkungan.

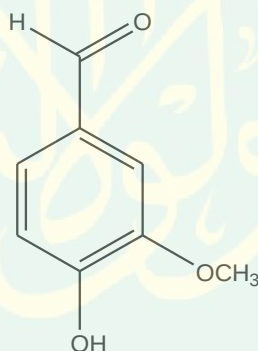


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Vanilin adalah senyawa organik dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ yang terkandung dalam buah vanila. Vanilin merupakan komponen utama hasil ekstraksi biji vanila (Handayani, 2011). Vanilin memiliki nama sistematik yang dirumuskan oleh *the International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) yaitu 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida. Menurut Sastrapradja (1978), vanilin berbentuk kristal berwarna putih atau putih kekuningan yang banyak digunakan sebagai aroma makanan.



Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin (Handayani, 2013)

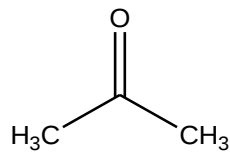
Vanilin memiliki gugus hidrofobik pada cincin aromatisnya dan memiliki gugus-gugus hidrofilik berupa gugus hidroksil, metoksi dan aldehida. Ketiga gugus tersebut dapat membentuk ikatan hidrogen intramolekul. Dari ketiga gugus tersebut, gugus aldehid merupakan gugus yang paling reaktif karena adanya karbonil ($C=O$) yang memiliki kemampuan menarik elektron sehingga lebih mudah untuk bereaksi dengan nukleofilik (Kumar dkk., 2012). Menurut

Handayani (2011), Ambo (2012) dan Madiyono (2002) gugus aldehid ini dapat bereaksi dengan gugus keton melalui kondensasi aldol membentuk ikatan C=C.

Menurut Handayani, dkk. (2013), vanilin merupakan turunan dari benzaldehid yang memiliki gugus hidroksi. Vanilin sebagai senyawa fenolat memiliki potensi yang dapat dikembangkan sebagai senyawa antioksidan dan antikanker. Hal ini berkaitan dengan strukturnya yang dapat dimodifikasi menjadi turunannya dengan cara kondensasi aldol silang (Claisen-Schmidt) dengan senyawa karbonil lain yang memiliki H α , misalnya direaksikan dengan aseton yang mengandung gugus keton menjadi senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on dan 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on.

2.2 Aseton

Aseton merupakan senyawa organik yang mengandung gugus keton dengan rumus molekul C₃H₆O. Aseton memiliki nama lain yaitu dimetil keton, 2-propanon atau propan-2-on. Aseton merupakan cairan tak berwarna yang bersifat volatil. Aseton memiliki dua atom hidrogen alfa (H α). H α merupakan atom hidrogen yang terikat pada atom C α . Sedangkan atom C α merupakan atom karbon yang terikat langsung pada atom karbon dari gugus karbonil. Sebagai akibat penarikan elektron oleh gugus karbonil, kerapatan elektron pada atom karbon α semakin berkurang, maka ikatan karbon dan hidrogen α semakin melemah, sehingga hidrogen α menjadi bersifat asam dan dapat mengakibatkan terjadinya substitusi α . Substitusi α melibatkan penggantian atom H pada atom karbon α dengan elektrofilik (Wade, L.G. 2006).



Gambar 2.2 Struktur senyawa aseton (Fessenden dan Fessenden, 1986)

Adanya atom hidrogen α yang bersifat asam pada aseton menyebabkan aseton dapat terionisasi menghasilkan anion enolat dengan bantuan katalis basa. Anion enolat dapat berada dalam dua bentuk yaitu bentuk keto dan bentuk enol atau disebut dapat terjadi tautomerisasi. Tautomer adalah isomer-isomer pada senyawa karbonil yang hanya dibedakan oleh kedudukan ikatan rangkap dan yang disebabkan perpindahan letak atom hidrogen α ke atom oksigen. Anion enolat senyawa aseton bersifat nukleofilik sehingga dapat direaksikan dengan suatu karbokation atau karbon parsial positif.

2.3 Modifikasi Struktur Vanilin

Allah Swt berfirman dalam surat Luqman ayat 10:

خَلَقَ السَّمَاوَاتِ بِغَيْرِ عَمَدٍ تَرَوْنَهَا وَأَلْقَى فِي الْأَرْضِ رَوَاسِيَ أَنْ تَمِيدَ بِكُمْ وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ
وَأَنْزَلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿١٠﴾

Artinya: “Dia menciptakan langit tanpa tiang yang kamu melihatnya dan Dia meletakkan gunung-gunung (di permukaan) bumi supaya bumi itu tidak menggoyangkan kamu; dan memperkembang biakkan padanya segala macam jenis binatang dan Kami turunkan air hujan dari langit, lalu Kami tumbuhkan padanya segala macam tumbuh-tumbuhan yang baik” (QS. Luqman: 10).

Allah SWT menumbuhkan dari air hujan berbagai macam tumbuhan yang baik, yaitu subur dan bermanfaat. Kata كَرِيم yang terdapat dalam ayat tersebut digunakan untuk menyifati segala sesuatu yang baik sesuai obyeknya. Tumbuhan yang baik adalah yang tumbuh subur dan menghasilkan apa yang diharapkan penanamannya. Salah satu hasil yang diharapkan dari tanaman adalah

pemanfaatannya yang dapat digunakan sebagai zat aditif makanan atau minuman dan obat. Salah satu tanaman yang baik yaitu vanilin, selain digunakan sebagai bahan aditif makanan dan minuman, vanilin juga dapat dimanfaatkan sebagai obat bagi orang-orang yang mau berpikir. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Handayani dkk (2013) menunjukkan bahwa vanilin memiliki nilai IC_{50} sebesar 1.360,17 terhadap sel kanker HeLa. Aktivitas antikanker vanilin tersebut masih lemah dan vanilin belum dapat dijadikan sebagai agen kemopreventif sehingga diperlukan adanya modifikasi struktur vanilin. Modifikasi struktur senyawa vanilin menjadi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on terbukti dapat meningkatkan aktivitasnya dalam menghambat sel kanker HeLa yang ditunjukkan dengan nilai IC_{50} sebesar 10,26 $\mu\text{g/mL}$.

Modifikasi struktur vanilin merupakan salah satu hasil pemikiran yang dilakukan oleh manusia untuk meningkatkan manfaat dari vanilin. Hal ini telah disinggung dalam firman Allah SWT dalam al-Quran surat Ali Imran (3): 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) Orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka (QS. Ali Imran :190-191)”.

Menurut Katsir (2000), kata *ulul albab* dalam ayat tersebut berarti orang-orang yang berakal, yaitu akal-akal yang sempurna serta memiliki kecerdasan

sehingga dapat mengetahui segala sesuatu dengan hakikatnya masing-masing secara jelas. Sedangkan menurut Shihab (2003), orang yang berakal adalah orang-orang yang menggunakan pikirannya untuk mengambil manfaat dari apa-apa yang diciptakan oleh Allah SWT, berpikir tajam, mendalami pemahamannya, serta senantiasa mengingat Allah SWT dalam setiap keadaan karena Allah SWT tidak menciptakan sesuatu secara sia-sia.

2.4 Kondensasi Claisen-Schmidt

Menurut Fessenden dan Fessenden (1986), suatu reaksi kondensasi ialah reaksi dimana dua molekul atau lebih bergabung menjadi molekul yang lebih besar dengan atau tanpa hilangnya suatu molekul kecil. Reaksi kondensasi aldol merupakan reaksi yang melibatkan ion enolat dan gugus karbonil dari molekul aldehid lainnya. Reaksi ini berhenti pada saat pembentukan β -hidroksikarbonil yang kemudian mengalami dehidrasi (Silverstein dkk., 2005). Reaksi aldol tidak hanya terjadi pada dua senyawa karbonil sejenis, seperti aldehida-aldehida dan keton-keton. Namun, reaksi ini dapat terjadi antara dua senyawa karbonil yang berbeda yaitu aldehida-keton (Miller dan Solomon, 1999).

Suatu aldehida tanpa hidrogen α seperti vanilin tidak dapat membentuk ion enolat dan dengan demikian tidak dapat berdimerisasi dalam suatu kondensasi aldol. Namun jika aldehida seperti itu dicampur dengan aldehida atau keton yang memiliki hidrogen alfa seperti aseton, maka kondensasi antara keduanya dapat terjadi. Reaksi ini disebut kondensasi aldol silang (*cross aldol condensation*) atau reaksi kondensasi Claisen-Schmidt (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Secara umum ada 2 tahapan mekanisme reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dalam suasana basa, yaitu tahap adisi dan dehidrasi (Ilhamy, 2015). Adisi

nukleofilik pada kondensasi aldol bertujuan untuk membentuk anion alkoksida (Fessenden dan Fessenden, 1986). Sedangkan dehidrasi pada kondensasi aldol terjadi melalui reaksi eliminasi (Grossman, 2003). Dehidrasi ini terjadi akibat penggunaan katalis basa (Sykes, 1985).

Kehadiran katalis dalam reaksi kondensasi Claisen-Schmidt memegang peranan penting dalam keberhasilan reaksi. Budimarwanti dan Handayani (2010) telah mensintesis senyawa 2-hidroksikalkon melalui kondensasi Claisen-Schmidt dengan variasi jenis katalis asam dan basa. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa penggunaan katalis basa berupa NaOH pada reaksi kondensasi aldol silang lebih efektif dibandingkan penggunaan katalis asam. Penggunaan katalis basa menghasilkan rendemen sebesar 31,22% sedangkan dengan katalis asam tidak diperoleh kristal senyawa target.

Alarcon, dkk., (2013) mereaksikan senyawa 2,4-diklorobenzaldehida dan asetofenon (1:1) dalam suasana basa NaOH (1 ekuivalen) melalui kondensasi Claisen-Schmidt selama 3,5 jam. Sintesis tersebut menghasilkan senyawa 3-(2,6-diklorofenil)-1-fenilprop-2-en-1-on berupa padatan berwarna kuning dengan rendemen sebesar 92%. Fernandes, dkk., (2013) mereaksikan senyawa β -ionona dan p-nitrobenaldehid melalui kondensasi Claisen-Schmidt dengan katalis LiOH.H₂O. Sintesis dilakukan dengan cara mencampurkan reaktan dengan stirrer pada temperatur 55 °C selama 90 menit. Sintesis menghasilkan senyawa biskalkon yaitu (1,4)-1-(4-nitrofenil)-5-(2,6,6-trimetilsiklohek-1-enil)-penta-1,4-dien-3-on dengan rendemen sebesar 82,2 %.

Fitriyani (2015) telah melakukan penelitian tentang optimasi sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon menggunakan katalis basa KOH dan NaOH

dengan variasi konsentrasi melalui kondensasi Claisen-Schmidt teknik penggerusan. Sintesis dilakukan dengan variasi konsentrasi katalis yaitu 40, 50, 60, 70 dan 80 % (b/b). Hasil penelitian menunjukkan rendemen terbesar yaitu 78,9 % menggunakan katalis NaOH 60 %. Senyawa hasil sintesis memiliki karakter berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh 182-184 °C. Rahman, dkk. (2012) mereaksikan senyawa sikloheksanon dan benzaldehid melalui kondensasi Claisen-Schmidt menggunakan variasi katalis NaOH dan KOH dengan teknik penggerusan pada temperatur ruang selama 5 menit. Reaksi tersebut menghasilkan senyawa α,α' -bis-benzilidinsikloheksanon dengan rendemen berturut-turut 85 % dan 98 %. Selain itu, sintesis senyawa tersebut dilakukan dengan katalis NaOH yang dilarutkan dalam etanol dengan variasi kondisi yaitu menggunakan metode refluks selama 8 jam dan temperatur ruang selama 5 hari. Metode tersebut menghasilkan rendemen berturut-turut yaitu 93 % dan 66 %.

Penelitian lainnya dilakukan oleh Palleros (2004), Dev dan Dhaneshwar (2013), yang telah mensintesis senyawa kalkon menggunakan metode *solvent free* teknik penggerusan pada temperatur ruang dengan rendemen diatas 80 %. Mogilaiah, dkk. (2010) telah mensintesis senyawa 2-(4-asetil-fenilamino)-3-(4-klorofenil)-1,8-naftiridin melalui kondensasi Claisen-Schmidt teknik penggerusan selama 5 menit pada temperatur ruang dan diperoleh rendemen sebesar 87-96 %. Zangade, dkk. (2011) juga telah melakukan sintesis senyawa kalkon teknik penggerusan dengan katalis KOH dan diperoleh rendemen 85-94 %. Susanti, dkk. (2014) mensintesis senyawa 2,6-dihidroksi-3,4-dimetoksi kalkon melalui kondensasi Claisen-Schmidt teknik grinding selama 15 menit pada temperatur

ruang. Sintesis tersebut menggunakan katalis basa NaOH 20 mmol dan menghasilkan rendemen sebesar 70-84 %.

ZiXing, dkk. (2010) mereaksikan senyawa *p*-metilbenzaldehyd (8,3 mmol) dan sikloheksanon (9,2 mmol) melalui reaksi bikondensasi Claisen-Schmidt. Sintesis dilakukan dengan teknik penggerusan selama 20-30 menit. Sintesis menghasilkan senyawa 2,6-bis(4-metilfenilmetilen)sikloheksanon berupa padatan berwarna kuning dengan rendemen sebesar 80 %.

Rahman, dkk. (2012) telah mereaksikan senyawa aseton dan benzaldehid dalam kondisi basa NaOH 20 % mol (terhadap benzaldehid) dengan variasi mol reaktan. Sintesis dilakukan dengan cara menggerus reaktan dan katalis menggunakan mortar pada temperatur ruang selama 5 menit. Hasil sintesis diperoleh seperti pada Tabel 2.1.

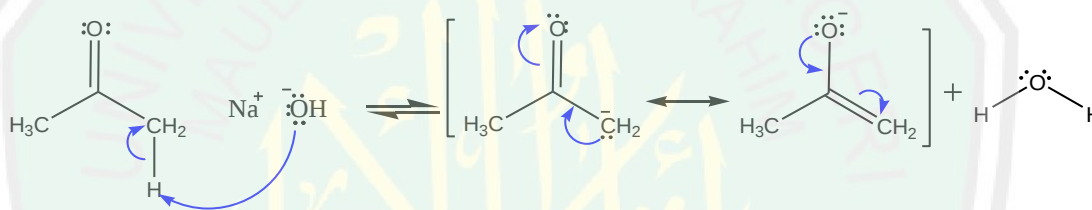
Tabel 2.1 Variasi mol reaktan dan hasil

Variasi mol		Hasil (%)	
Aseton	Benzaldehida	1,5-difenilpenta-1,4-dien-3-on	4-fenilbut-3-en-2-on
10 mmol	20 mmol	53	42
>5 eq	10 mmol	sedikit	96
10 mmol	>3 eq	98	0

Senyawa target yaitu 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dapat diperoleh dari reaksi *double* kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton dan vanilin. Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pertama akan menghasilkan senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on atau dikenal dengan senyawa vanililaseton. Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt kedua akan menghasilkan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on atau dikenal dengan senyawa divanililaseton. Penggunaan katalis basa seperti NaOH akan menghasilkan suatu garam produk. Hal ini disebabkan karena vanilin memiliki

gugus fenoksi. Penambahan air berfungsi untuk melarutkan garam produk. Garam produk akan direaksikan dengan suatu asam seperti HCl untuk membentuk produk melalui reaksi penetralan.

Mekanisme pembentukan senyawa 4-dimetilamino-dibenzalaseton dari 4-dimetilamionobenzaldehyd, benzaldehyd dan aseton terjadi dalam beberapa langkah. Langkah pertama dari tahap adisi adalah mekanisme pembentukan ion enolat senyawa aseton melalui deprotonasi senyawa oleh katalis basa NaOH yang ditunjukkan oleh Gambar 2.3.

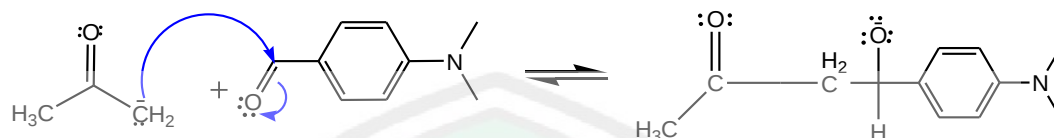


Gambar 2.3 Pembentukan anion enolat senyawa aseton (Fessenden dan Fessenden, 1986)

Pasangan elektron bebas (PEB) atom oksigen dari katalis basa NaOH yang bermuatan negatif menyerang H_{α} senyawa aseton, sehingga salah satu H_{α} akan terikat pada katalis basa membentuk H_2O . Senyawa aseton akan membentuk anion enolat yang dapat beresonansi. PEB atom karbon anion enolat senyawa aseton bersifat nukleofilik.

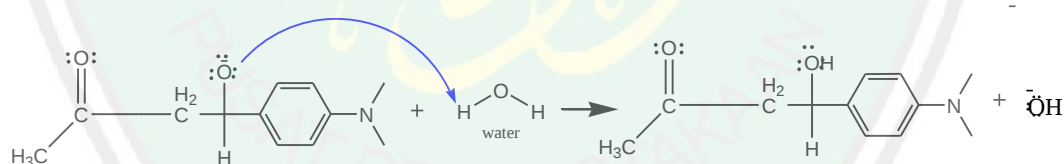
Langkah kedua adalah adisi nukleofilik, yaitu pembentukan ikatan C-C dari anion enolat senyawa aseton dengan atom karbon pada gugus aldehid senyawa 4-dimetilamionobenzaldehyd. PEB atom karbon anion enolat senyawa aseton yang bersifat nukleofilik menyerang atom karbon gugus aldehid senyawa 4-dimetilamionobenzaldehyd. Hal ini terjadi karena atom karbon gugus aldehid senyawa 4-dimetilamionobenzaldehyd bermuatan parsial positif akibat efek

induksi elektronegatif dari atom oksigen. Tahap ini menghasilkan suatu anion alkoksida.



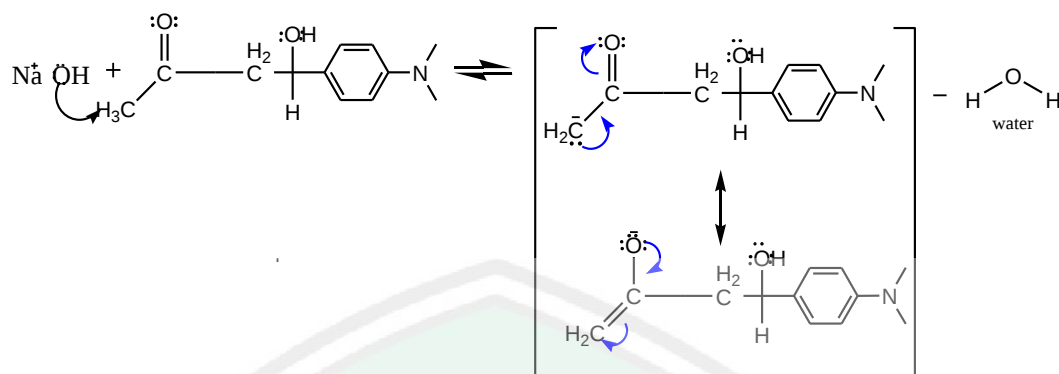
Gambar 2.4 Pembentukan anion alkoksida (Prabawati, dkk., 2014)

Langkah selanjutnya yaitu penetralan anion alkoksida melalui mekanisme perpindahan proton dengan bantuan H_2O . Atom oksigen anion alkoksida bersifat nukleofilik yang disebabkan oleh 3 PEB dan muatan negatif yang dimilikinya. Hal ini menyebabkan atom oksigen anion alkoksida mudah menyerang atom hidrogen molekul H_2O sehingga terbentuk ikatan O-H. Langkah ini merupakan langkah akhir pada tahap adisi nukleofilik. Pada tahap ini dihasilkan kembali katalis basa OH^- .



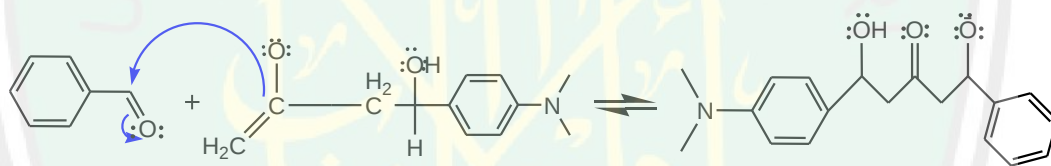
Gambar 2.5 penetralan anion alkoksida (Prabawati, dkk., 2014)

Senyawa 5-(4-(dimetilamino)fenil)-5-hidroksipentan-2-on masih memiliki satu H_α yang dapat bereaksi dengan katalis basa NaOH membentuk anion enolat 5-(4-(dimetilamino)fenil)-5-hidroksipentan-2on yang bersifat nukleofilik.



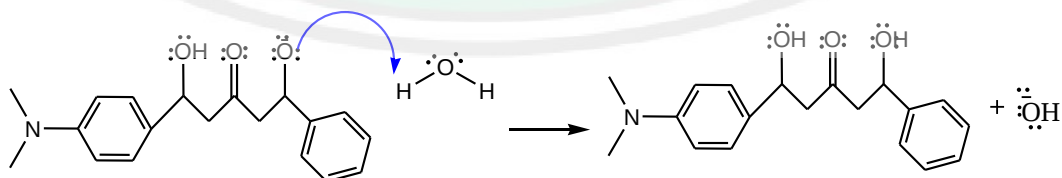
Gambar 2.6 Pembentukan anion enolat senyawa 5-(4-(dimetilamino)fenil)-5-hidroksipentan-2-on (Prabawati, dkk., 2014)

Langkah selanjutnya yaitu tahap adisi nukleofilik. Pada tahap ini terjadi pembentukan ikatan C-C anion enolat 5-(4-(dimetilamino)fenil)-5-hidroksipentan-2-on dengan atom karbon gugus aldehyd senyawa benzaldehid. Tahap ini menghasilkan suatu anion alkoksida seperti pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pembentukan anion alkoksida (Prabawati, dkk., 2014)

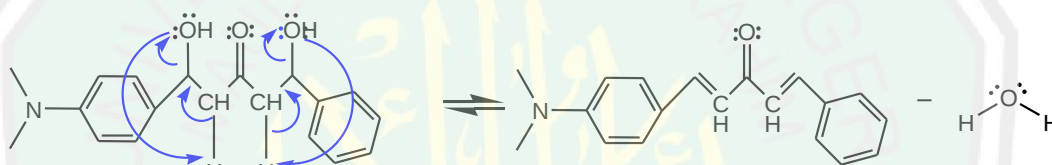
Sama halnya dengan pembentukan 5-(4-(dimetilamino)fenil)-5-hidroksipentan-2-on, pada tahap ini terjadi penetralan anion alkoksida dengan bantuan molekul H_2O membentuk gugus hidroksil seperti pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Penetralan anion alkoksida (Prabawati, dkk., 2014)

Tahap selanjutnya adalah tahap dehidrasi secara spontan. Pada tahap ini terjadi mekanisme pembentukan ikatan $\text{C}=\text{C}$ melalui reaksi intramolekul yang melibatkan atom oksigen gugus hidroksil ($-\text{OH}$) dan atom hidrogen gugus metilen

(-CH₂-). PEB atom oksigen gugus hidroksil menyerang atom hidrogen gugus metilen. Hal ini menyebabkan terputusnya ikatan C-H gugus metilen sehingga terbentuk ikatan baru C=C yang disertai pelepasan molekul H₂O. Fessenden dan Fessenden (1986) menyatakan bahwa dehidrasi dalam kondensasi aldol sering terjadi secara spontan bila reaksi menghasilkan suatu senyawa yang memiliki ikatan rangkap terkonjugasi dengan suatu cincin aromatik. Reaksi tersebut menghasilkan senyawa 4-dimetilaminodibenzalaseton yang memiliki sistem konjugasi dengan dua cincin aromatik.



Gambar 2.9 Pembentukan senyawa 4-dimetilaminodibenzalaseton (Prabawati, dkk., 2014)

2.5 Identifikasi Senyawa Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Secara umum KLT digunakan untuk menentukan banyaknya komponen dalam campuran, identifikasi senyawa, memantau berjalannya suatu reaksi, dan menentukan efektifitas kemurnian. Uji identifikasi dapat dilakukan dengan membandingkan nilai R_f yang diperoleh dengan R_f standar (Rohman dan Gandjar, 2009).

$$R_f = \frac{\text{Jarak senyawa yang terelusi}}{\text{jarak pelarut yang mengelusi}} \dots\dots\dots (2.1)$$

Semakin besar nilai R_f dari sampel maka semakin besar pula jarak gerak senyawa tersebut pada plat KLT. Pada identifikasi nilai R_f yang sama maka senyawa yang didapatkan dapat dikatakan memiliki karakteristik yang sama,

sedangkan pada nilai R_f yang berbeda maka senyawa tersebut merupakan senyawa yang berbeda (Peter, 2010). Handayani (2009) mengidentifikasi senyawa 1,4-1-(4-metoksifenil)-5-fenil-1,4-pentadien-3-on menggunakan KLT dengan eluen etil asetat: heksana (5:1) dan senyawa 1,4-1-(3,4-dimetoksifenil)-5-fenil-1,4-pentadien-3-on dengan eluen kloroform: heksana (4:6). Senyawa 2,2'-dihidroksibenzalaseton diidentifikasi menggunakan KLT dengan campuran eluen metanol:kloroform (1:9) dan diperoleh R_f sebesar 0,36 (Handayani, 2010). Azizah (2015) mengidentifikasi senyawa 4-hidroksi-3-metoksifenil menggunakan KLT dengan eluen kloroform dan diperoleh R_f sebesar 0,4375.

2.6 Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

Karakterisasi senyawa hasil sintesis pada penelitian ini menggunakan beberapa instrumen yaitu spektrofotometer FTIR dan spektrometer KG-SM.

2.6.1 Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merupakan alat untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawaan dan menganalisis campuran. Banyak pita absorpsi yang terdapat dalam daerah yang disebut daerah “sidik jari” spektrum. Spektrum FTIR suatu sampel dapat diketahui dari letak pita serapan yang dikaitkan dengan adanya suatu gugus fungsional tertentu (Day dan Underwood, 1999).

Penyerapan radiasi suatu senyawa pada gelombang infra merah sangat khas tergantung pada gugus fungsi yang terdapat pada suatu senyawa. Hasil analisis spektra FTIR senyawa vanilin diperoleh serapan pada bilangan gelombang 3180 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi gugus OH. Vibrasi ulur $\text{Csp}^3\text{-H}$ ditunjukkan pada bilangan gelombang 2861 cm^{-1} dan 3025 cm^{-1} untuk $\text{Csp}^2\text{-H}$. pada daerah 1266

cm^{-1} menunjukkan adanya serapan C-O-C, sedangkan pada daerah 1588 cm^{-1} dan 1456 cm^{-1} terdapat serapan C=C aromatik. Serapan C=O aldehyd terdapat pada daerah 1665 cm^{-1} dan serapan C-H aldehyd pada daerah 2744 cm^{-1} (Azizah, 2015).

Handayani dkk (2013) melakukan karakterisasi terhadap senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on hasil sintesis dari vanilin dan aseton menggunakan spektrofotometer FTIR. Hasil spektra IR menunjukkan adanya serapan tajam dari gugus hidroksi (O-H) pada bilangan gelombang $3363,86 \text{ cm}^{-1}$. Serapan dari C-H pada $3066,11 \text{ cm}^{-1}$. Serapan pada $1643,35 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus karbonil, sedangkan serapan C=C ditunjukkan pada $1589,34$; $1442,75$, dan 1350 cm^{-1} . Serapan C-O muncul pada $1226,73$; $1095,57$; dan $1018,41 \text{ cm}^{-1}$.

Perbedaan gugus fungsi antara senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida (vanilin) dengan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on adalah hilangnya gugus aldehida pada senyawa vanilin dan digantikan dengan gugus - C=C- pada senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on. Hal tersebut ditunjukkan dengan hilangnya serapan C=O aldehyd pada daerah 1665 cm^{-1} dan serapan C-H aldehyd pada daerah 2744 cm^{-1} yang terdapat di dalam vanilin dan digantikan dengan serapan C=C pada daerah 1350 cm^{-1} yang terdapat dalam senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on.

2.6.2 KG-SM

Kromatografi Gas-Spektrofotometer Massa (KG-SM) merupakan gabungan dari dua instrumen dengan fungsi yang berbeda. Kromatografi gas (KG) berfungsi untuk memisahkan komponen-komponen senyawa dalam sampel, sedangkan spektrofotometer massa (SM) berfungsi untuk mendeteksi massa dari senyawa

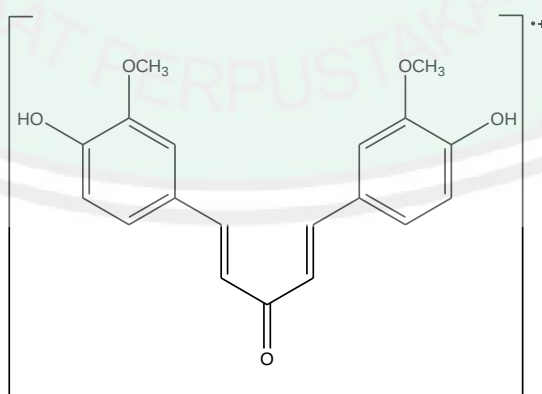
yang berhasil dipisahkan pada kromatografi gas. Pada KG-SM aliran pada kolom terhubung langsung dengan ruang ionisasi spektrometer massa.

Azizah (2015) melakukan karakterisasi terhadap produk hasil sintesis antara vanilin: asetofenon (1,5:1) diperoleh hasil seperti pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Hasil karakterisasi produk sintesis menggunakan KG-SM

Puncak ke-	Persen area	Rt (min)	Ion molekul (m/z)	Senyawa
I	5,99	9,992	152	Vanilin
II	5,26	29,142	147	1-fenil-1-butanon
III	68,70	32,425	254	3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on
IV	20,70	42,908	374	3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentina-1,5-dion

Handayani (2013) melakukan karakterisasi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan spektrometer massa *direct inlet*. Berdasarkan spektra massa, senyawa tersebut memiliki massa molekul (m/z) 326 seperti pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Ion molekuler senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on (Handayani, 2013)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret-Juni 2016 di Laboratorium Kimia Organik dan Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas arloji, spatula, neraca analitik, mortar dan alu, *beaker glass* 100 mL, pipet ukur, bola hisap, desikator, pengaduk gelas, kertas saring, oven, plat KLT GF₂₅₄, Erlenmeyer 100 mL, *rotary evaporator vacuum*, *melting point apparatus* (MPA), corong pisah, statif, termometer, spektrofotometer FTIR dan spektrometer KG-SM.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah vanilin p.a Merck, aseton p.a Merck, NaOH p.a, akuades, HCl 2N, KBr, n- heksana, N₂, etil asetat dan kloroform.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan uji eksperimental di laboratorium. Sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dilakukan menggunakan perbandingan mol aseton : vanilin yaitu 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5 dan 1:3. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan reaktan menggunakan bantuan katalis basa berupa padatan NaOH sebesar 60 % (b/b, terhadap vanilin) teknik

penggerusan. Senyawa target diidentifikasi menggunakan KLT, selanjutnya senyawa produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen spektrofotometer FTIR dan KG-SM.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dilakukan dengan mereaksikan vanilin dan aseton melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt
2. Identifikasi menggunakan metode KLT
3. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on (Rahman, dkk. 2012)

Sebanyak 2 mmol vanilin (0,3 g), padatan NaOH 60 % (b/b terhadap vanilin, 0,18 g) dan 2 mmol (0,15 mL) aseton dimasukkan ke dalam mortar. Campuran digerus di dalam mortar menggunakan alu pada temperatur ruang selama 15 menit dan didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya, hasil sintesis ditambah akuades. Kemudian, ditambahkan HCl 2N hingga terbentuk padatan. padatan yang terbentuk, kemudian disaring. Padatan yang diperoleh, selanjutnya dikeringkan dan ditimbang. Apabila tidak terbentuk endapan maka dilakukan ekstraksi cair-cair pada larutan hasil penambahan HCl. Pelarut organik yang digunakan adalah kloroform. Selanjutnya diambil fasa organik dan diuapkan

pelarutnya menggunakan *rotary evaporator vacuum*. Senyawa target hasil sintesis diidentifikasi menggunakan KLT.

Variasi mol aseton : vanilin yang digunakan pada sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Variasi mol aseton : vanilin pada sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on

No.	Variasi mol aseton : vanilin	Aseton (mL)	Vanilin (g)	NaOH 60 % b/b (g)
1.	1,0 : 1,0	0,15	0,3	0,18
2.	1,0 : 1,5	0,15	0,46	0,27
3.	1,0 : 2,0	0,15	0,61	0,36
4.	1,0 : 2,5	0,15	0,76	0,46
5.	1,0 : 3,0	0,15	0,91	0,55

3.5.2 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Plat KLT silika GF₂₅₄ berukuran 6 x 10 cm dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 20 menit. Selanjutnya vanilin dan kelima senyawa hasil sintesis dengan konsentrasi 1000 ppm masing-masing ditotolkan sebanyak 3-5 totolan pada plat KLT dengan jarak 1,0 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler. Plat dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Eluen yang digunakan yaitu n-heksana : etil asetat (1:2). Selanjutnya, plat silika gel diangkat dan dikeringkan. Plat disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 366 nm. Spot yang terbentuk dari masing-masing totolan diamati dan dibandingkan.

3.5.3 Karakterisasi Senyawa Produk Hasil Sintesis

3.5.3.1 Karakterisasi Sifat Fisika dan Kimia

Karakterisasi sifat fisika produk hasil sintesis dilakukan dengan mengamati bentuk dan warnanya. Senyawa hasil sintesis diuji titik lelehnya menggunakan *melting point apparatus*. Selanjutnya diamati kelarutannya di dalam air, etanol

dan kloroform. Karakterisasi sifat kimia produk hasil sintesis dilakukan dengan mereaksikan produk hasil sintesis dengan NaOH 2M dan diamati perubahan warnanya.

3.5.3.2 Karakterisasi Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Gugus fungsi senyawa produk diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Senyawa produk dicampur dengan KBr, kemudian digerus dalam mortar agate. Selanjutnya campuran dipress dan dibentuk pelet. Pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektra IR pada rentang bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Hasil spektra IR senyawa produk dibandingkan dengan spektra IR senyawa vanilin.

3.5.3.3 Karakterisasi Menggunakan KG-SM

Senyawa produk hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan KG-SM untuk mengetahui kemurnian dan massa ion molekul senyawa produk. Sebanyak $1 \mu\text{L}$ senyawa produk diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam tempat KG-SM VARIAN CP 3800 / Saturn 2200 dengan kondisi operasional sebagai berikut:

Jenis kolom	: AGILENT J&W VF-5MS
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor	: CP 3800 / Saturn 2200
Oven	: Temperatur terprogram (80°C 5 menit $\rightarrow$ 270°C 30 menit)
Temperatur injektor	: 300°C
Tekanan gas	: 16,5 kPa
Kecepatan aliran gas	: 1 mL/menit (konstan)
Gas pembawa	: Helium

BAB IV

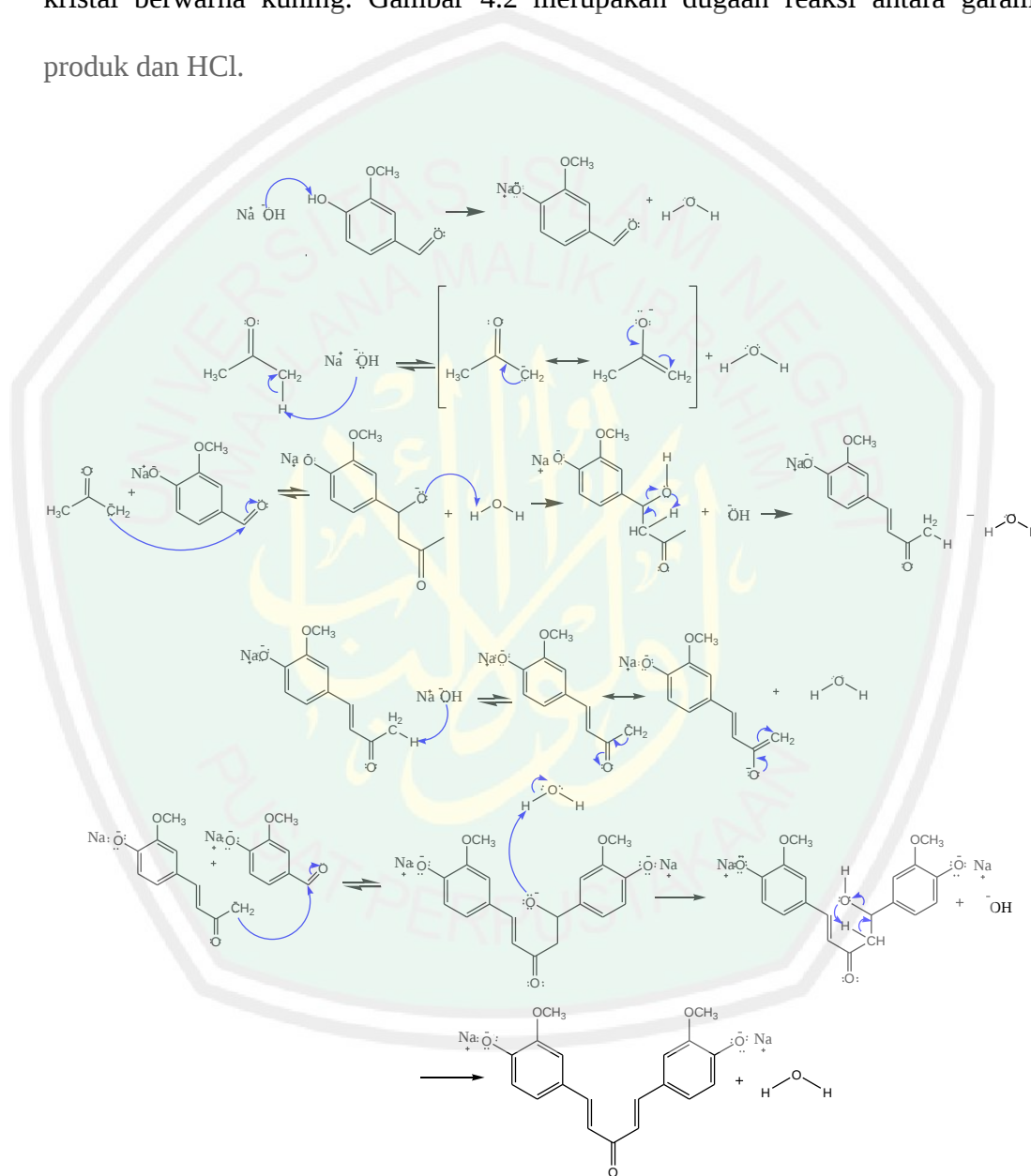
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on

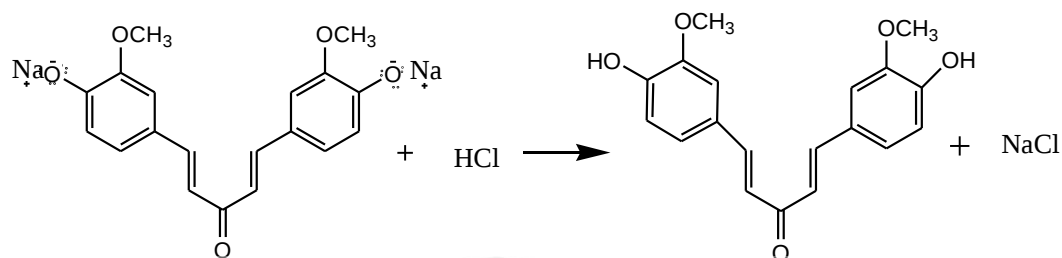
Reaksi antara aseton dan vanilin melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dilakukan dengan teknik penggerusan selama 15 menit pada temperatur ruang. Padatan NaOH 60 % (b/b terhadap vanilin) digunakan sebagai katalis dalam reaksi kondensasi Claisen-Schmidt. Penambahan katalis bertujuan untuk membentuk anion enolat. Katalis dapat meningkatkan kecepatan reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi sehingga lebih cepat dalam pembentukan produk (Da'i, dkk., 2010). Reaksi antara aseton dan vanilin dilakukan dengan lima variasi mol vanilin yaitu 1:1; 1:1,5; 1:1,2; 1:2,5 dan 1:3. Hasil penelitian Rahman, dkk. (2012) menunjukkan bahwa variasi mol reaktan berpengaruh terhadap rendemen produk hasil sintesis. Variasi mol vanilin dilakukan untuk mengetahui variasi mol vanilin terbaik dalam sintesis senyawa target.

Reaksi antara vanilin, aseton dan NaOH menghasilkan garam produk yang berwarna merah. Dugaan mekanisme reaksi disajikan pada Gambar 4.1. Terbentuknya garam produk disebabkan karena sifat reaktan yaitu vanilin yang mempunyai gugus fenolat. Hidrogen gugus fenolat pada vanilin memiliki nilai pKa 7,4 sedangkan hidrogen alfa pada aseton memiliki nilai pKa 20. Semakin tinggi nilai pKa menunjukkan semakin rendah tingkat keasaman suatu senyawa. Oleh karena itu gugus hidroksi dari NaOH cenderung menyerang H dari gugus fenolat pada vanilin terlebih dahulu dan kemudian menyerang H alfa dari aseton sehingga terbentuk garam fenolat. Penambahan air bertujuan untuk melarutkan

garam produk yang dihasilkan. Penambahan HCl berfungsi untuk membentuk senyawa produk melalui reaksi penetralan. Ion H^+ dari HCl akan menggantikan posisi Na^+ pada garam produk sehingga terbentuk senyawa produk berupa padatan kristal berwarna kuning. Gambar 4.2 merupakan dugaan reaksi antara garam produk dan HCl.



Gambar 4.1 Dugaan mekanisme Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt antara Vanilin, aseton dan NaOH (Sastroamidjojo, 2004)



Gambar 4.2 Dugaan reaksi antara garam produk dan HCl

Penambahan HCl pada variasi aseton : vanilin 1:1 dan 1:1,5 tidak menghasilkan padatan kristal berwarna kuning hanya larutan berwarna kuning. Tidak terbentuknya kristal setelah penambahan HCl disebabkan karena sedikitnya senyawa target yang terdapat di dalam produk. Oleh karena itu dilakukan ekstraksi cair-cair menggunakan kloroform karena produk larut di dalam kloroform. Fase organik diambil dan diuapkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator vacuum*, selanjutnya diperoleh padatan kristal berwarna kuning pada labu alas bulat. Massa produk hasil sintesis disajikan pada Tabel 4.1.

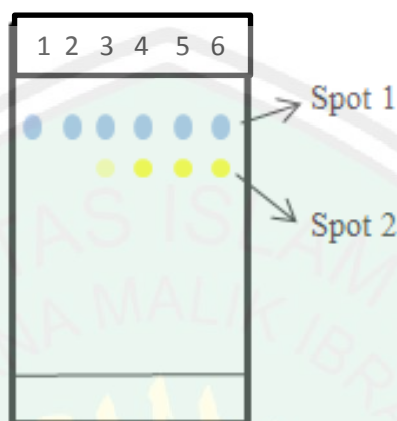
Tabel 4.1 Massa produk hasil sintesis

No.	Variasi mol aseton:vanilin	Massa produk (gram)
1	1:1	0.1821
2	1:1,5	0.3508
3	1:2	0.2965
4	1:2,5	0.5199
5	1:3	0.6639

4.2 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Produk hasil sintesis diidentifikasi menggunakan KLT. Fasa gerak yang digunakan yaitu n-heksana : etil asetat (1:2) sedangkan fasa diamnya adalah silika dengan jenis plat KLT GF₂₅₄. KLT digunakan untuk mengetahui banyaknya komponen dalam produk hasil sintesis. Identifikasi dilakukan dengan membandingkan nilai R_f dan warna dari spot yang terbentuk. Spot yang memiliki

nilai Rf berbeda dengan nilai Rf reaktan diduga sebagai senyawa target. Hasil KLT dari produk sintesis dan reaktan yang berupa vanilin disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil KLT pada panjang gelombang 366 nm

Tabel 4.2 Nilai Rf dan warna spot hasil KLT

No.	Variasi mol aseton:vanilin	Rf		Warna dibawah sinar UV 366 nm	
		Spot 1	Spot 2	Spot 1	Spot 2
1	Vanilin	0,78	-	Biru muda	-
2	1:1	0,78	-	Biru muda	-
3	1:1,5	0,78	0,63	Biru muda	Kuning
4	1:2	0,78	0,63	Biru muda	Kuning +
5	1:2,5	0,78	0,63	Biru muda	Kuning +
6	1:3	0,78	0,63	Biru muda	Kuning +

Keterangan:

+ : Kenaikan intensitas warna

Berdasarkan tabel 4.2 menunjukkan bahwa sintesis pada variasi mol aseton: vanilin 1:1,5; 1: 2; 1:2,5 dan 1:3 memiliki dua spot dengan nilai Rf yang berbeda. Spot 1 memiliki nilai Rf yang sama dengan reaktan yaitu vanilin, sehingga dapat diasumsikan bahwa spot 1 adalah vanilin sisa reaksi. Spot 2 memiliki nilai Rf yang berbeda dengan vanilin, sehingga dapat diasumsikan bahwa spot 2 merupakan senyawa target. Berdasarkan nilai Rf diketahui bahwa senyawa spot 1 lebih terelusi oleh fasa gerak dibandingkan spot 2.

4.3 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

4.3.1 Karakterisasi Sifat Fisika dan Kimia

Karakterisasi sifat fisika produk hasil sintesis didasarkan pada pengamatan terhadap bentuk, warna, titik leleh dan kelarutan produk hasil sintesis. Data yang diperoleh disajikan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Sifat fisika produk hasil sintesis

No.	Variasi mol aseton:vanilin	bentuk	warna	Titik leleh (°C)	kelarutan		
					air	etanol	Kloro form
1	Vanilin	Serbuk	Putih	78-80	L	L	L
2	1:1	Kristal	Kuning	70-76	TL	L	L
3	1:1,5	Kristal	Kuning	70-74	TL	L	L
4	1:2	Kristal	Kuning+ kehijauan	70-78	TL	L	L
5	1:2,5	Kristal	Kuning++ kehijauan	70-74	TL	L	L
6	1:3	Kristal	Kuning+++ kehijauan	68-74	TL	L	L

Keterangan:

+ : kenaikan intensitas warna

L : Larut

TL : Tidak Larut

Berdasarkan data pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa produk hasil sintesis memiliki sifat fisika yang berbeda dengan vanilin dari segi bentuk dan warna. Titik leleh produk memiliki kemiripan dengan titik leleh vanilin, hal ini disebabkan karena masih terdapat vanilin sisa reaksi pada produk yang diperkuat oleh hasil KLT. Berdasarkan uji kelarutan, baik vanilin maupun produk hasil sintesis larut sempurna dalam etanol dan kloroform, namun produk tidak larut dalam air sedangkan vanilin larut dalam air. Hal tersebut dikarenakan perbedaan struktur kimia kedua senyawa. Baik vanilin maupun produk memiliki gugus -OH yang bersifat hidrofilik, akan tetapi produk memiliki rantai hidrokarbon lebih

panjang dibandingkan vanilin. Rantai hidrokarbon bersifat hidrofobik sehingga menyebabkan produk tidak larut di dalam air.

Uji sifat kimia produk hasil sintesis dilakukan dengan mereaksikan produk hasil sintesis dengan NaOH 2M dalam etanol. Perubahan warna disajikan pada Tabel 4.4.



Gambar 4.4 produk dalam etanol (a) sebelum penambahan basa (b) setelah penambahan basa

Tabel 4.4 Hasil uji basa produk hasil sintesis

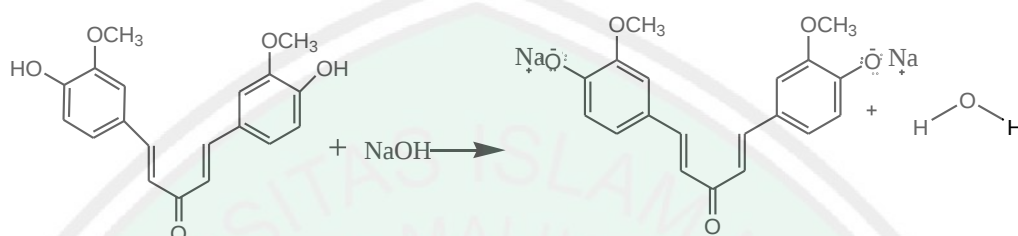
No.	Variasi mol aseton:vanilin	Tanpa basa (NaOH)	Ditambah basa (NaOH)
1	Vanilin	Tak berwarna	Tak berwarna
2	1:1	kekuningan	Oranye
3	1:1,5	kekuningan	Oranye+
4	1:2	kekuningan +	Merah
5	1:2,5	kekuningan +	Merah+
6	1:3	kekuningan +	Merah ++

Keterangan:

+ : kenaikan intensitas warna

Tabel 4.4 menunjukkan adanya perbedaan warna antara produk hasil sintesis dan vanilin setelah ditambahkan NaOH. Penambahan NaOH ke dalam larutan vanilin tidak memberikan perubahan warna terhadap larutan vanilin. Sedangkan, penambahan NaOH ke dalam larutan produk hasil sintesis memberikan perubahan warna menjadi oranye pada variasi aseton:vanilin 1:1 dan 1:1,5 dan menjadi merah pada variasi mol aseton:vanilin 1:2; 1:2,5 dan 1:3. Perubahan warna menjadi merah sesuai dengan hasil reaksi setelah proses penggerusan yaitu menghasilkan padatan berwarna merah yang merupakan garam produk. Menurut

Sastroamidjojo (2004) campuran larutan vanilin dan aseton menghasilkan warna merah ketika ditambah dengan NaOH. Dugaan reaksi antara senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dan NaOH disajikan dalam Gambar 4.5

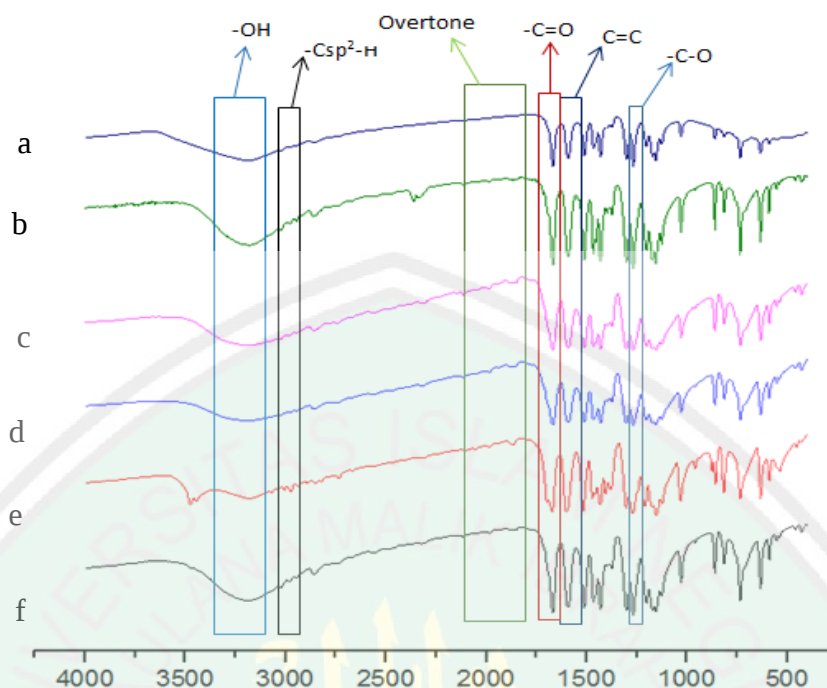


Gambar 4.5 Dugaan reaksi antara senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dan NaOH

Perbedaan warna antara reaktan dan produk disebabkan oleh perbedaan sistem konjugasi antara reaktan dan produk. Vanilin memiliki 4 ikatan rangkap terkonjugasi sedangkan produk memiliki 9 ikatan rangkap terkonjugasi. Sistem konjugasi membentuk kromofor yang biasanya terdapat dalam senyawa organik maupun polimer yang berwarna. Semakin panjang sistem terkonjugasi maka warna yang tampak akan semakin jelas (Budimarwanti dan Handayani, 2010).

4.3.2 Karakterisasi Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa hasil sintesis. Gambar 4.6 merupakan spektra FTIR vanilin dan produk hasil sintesis.



Gambar 4.6 Spektra IR variasi 1:1 -1:3

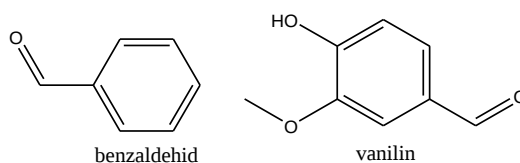
Keterangan: a = vanilin, b = variasi 1:3, c = variasi 1:2,5, d = variasi 1:2, e = variasi 1:1,5 dan f = variasi 1:1

Spektra hasil sintesis pada Gambar 4.6 menunjukkan adanya serapan gugus -OH dengan profil melebar yang khas pada bilangan gelombang $3180 - 3185 \text{ cm}^{-1}$. Serapan gugus C-H sp^2 aromatik memunculkan pita serapan lemah pada $3026 - 3074 \text{ cm}^{-1}$ yang didukung dengan adanya serapan overtone pada daerah $1867 - 2113 \text{ cm}^{-1}$. Serapan gugus C-H sp^3 dari gugus metoksi muncul pada 2860 cm^{-1} yang didukung adanya gugus C-O-C pada $1266-1268 \text{ cm}^{-1}$. Serapan gugus C=O pada $1666 - 1670 \text{ cm}^{-1}$ dengan profil tajam. Serapan *fermy doublet* yang merupakan serapan khas gugus C-H aldehyd muncul pada $2733 - 2744 \text{ cm}^{-1}$. Pada Gambar 4.6 variasi aseton:vanilin (1:1,5) terdapat serapan pada $3476 - 3444 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan dari gugus -OH bebas. Spektra IR hasil sintesis yang dihasilkan memiliki kemiripan dengan spektra IR vanilin namun disertai sedikit pergeseran panjang gelombang seperti pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Pergeseran bilangan gelombang antara senyawa vanilin dan senyawa hasil sintesis

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})	
	Senyawa vanilin	Senyawa hasil sintesis
-OH	3180	3180 - 3185
-C-O	1266	1266-1268
-Csp ² -H	3025	3026 - 3074
-Csp ³ -H	2861	2860
overtone	1900 - 2050	1867 - 2113
-C=C-	1588	1588 - 1601
-C=O	1665	1666 - 1670
-C-H aldehyd	2744	2733 - 2744

Adanya serapan *fermy doublet* menunjukkan bahwa masih terdapat gugus aldehid pada produk hasil sintesis sedangkan produk hasil sintesis tidak mengandung gugus aldehid melainkan gugus dienon. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa dominan yang terdapat dalam hasil sintesis merupakan sisa reaktan yang berupa vanilin. Menurut Pranowo (2010) reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dipengaruhi oleh substituen yang terdapat pada turunan benzaldehid. Vanilin memiliki gugus hidroksi pada posisi *para* yang dapat menimbulkan efek resonansi sehingga kerapatan elektron C karbonil gugus aldehid semakin tinggi. Gugus hidroksi pada posisi *para* dapat memberikan efek dorongan elektron terhadap C karbonil lebih tinggi dibandingkan gugus metoksi pada posisi *para* (Sykes, 1985). Kenaikan efek dorongan elektron mengakibatkan kerapatan elektron atom C karbonil semakin tinggi sehingga atom C karbonil menjadi kurang reaktif terhadap serangan nukleofil. Gambar 4.7 menyajikan perbedaan struktur antara benzaldehid dan vanilin.



Gambar 4.7 Struktur senyawa benzaldehid dan vanilin

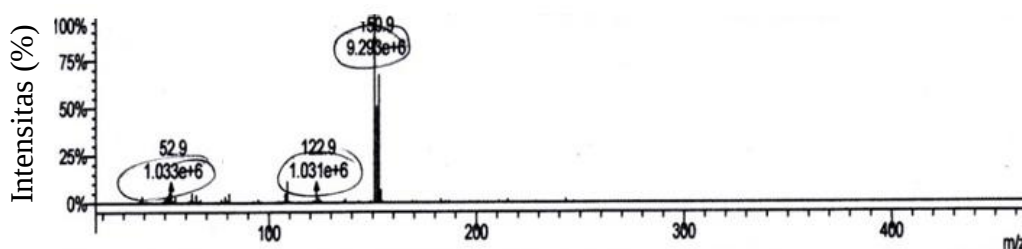
4.3.3 Karakterisasi Menggunakan KG-SM

Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan KG-SM, KG bertujuan untuk mengetahui banyaknya komponen yang terdapat dalam sampel berdasarkan banyaknya puncak dalam kromatogram dan SM digunakan untuk meramalkan struktur senyawa berdasarkan nilai m/z yang diperoleh dalam spektra MS. Sampel yang digunakan yaitu produk hasil sintesis variasi aseton : vanilin (1:3) yang memiliki warna paling merah ketika uji basa diantara variasi lainnya. Hasil kromatogram pada Gambar 4.8 menunjukkan adanya satu puncak dengan waktu retensi 17,652 menit.

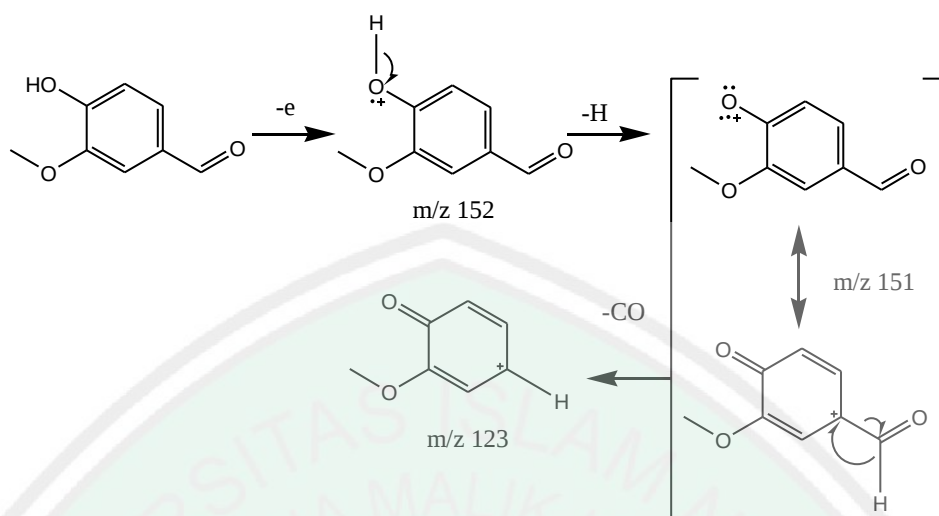


Gambar 4.8 Kromatogram KG

Spektra massa puncak ditunjukkan pada Gambar 4.10 Berdasarkan penelusuran menggunakan library (standar internal) spektra massa puncak satu memiliki kemiripan sebesar 76,7 % dengan spektra massa vanilin. Spektra massa pada Gambar 4.9 menunjukkan bahwa m/z 150,9 merupakan puncak tertinggi (*base peak*) dengan kelimpahan relatif 100 %. Tingginya kelimpahan ion tersebut dipengaruhi oleh kestabilan ion karena ion dapat beresonansi.

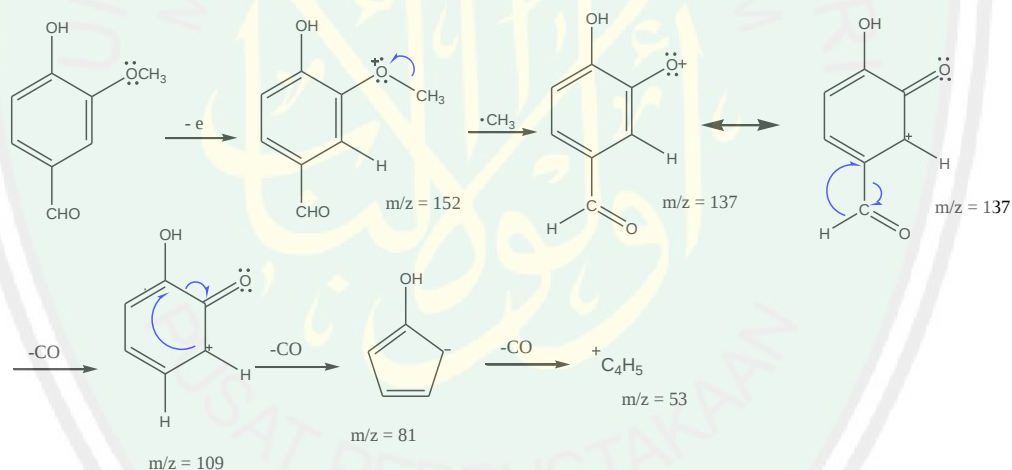


Gambar 4.9 Spektra massa puncak satu



Gambar 4.10 Pola fragmentasi vanilin 1

Pola fragmentasi lain dari vanilin



Gambar 4.11 pola fragmentasi vanilin 2

Vanilin merupakan reaktan yang digunakan dalam sintesis senyawa target.

Berdasarkan kromatogram hanya diperoleh puncak tunggal yang diperkirakan adalah senyawa vanilin. Tidak adanya puncak kedua atau senyawa target diduga karena senyawa target memiliki titik didih yang terlalu tinggi sehingga tidak terdeteksi oleh KG-SM.

4.4 Modifikasi Struktur Vanilin dalam Perspektif Islam

Allah menciptakan segala yang ada di bumi dan langit tanpa sia-sia. Semua yang diciptakan Allah memiliki manfaat bagi makhlukNya, sebagaimana firman Allah dalam surat Shaad (38) ayat 27 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا

Artinya : “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah (QS. Shaad : 27)”

Allah memerintahkan kepada orang-orang yang berakal untuk menggunakan pikirannya agar dapat mengambil manfaat dari apa yang diciptakan oleh Allah sebagaimana firman Allah dalam surat Ali Imran ayat 190-191. Oleh karena itu, manusia harus dapat memanfaatkan kekayaan alam yang Allah SWT berikan dengan sebaik-baiknya, misalnya dengan mengambil manfaat dari tumbuhan yang beraneka ragam. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat an Nahl (16): 10 – 11:

هُوَ الَّذِي أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً لَكُمْ مِنْهُ شَرَابٌ وَمِنْهُ شَجَرٌ فِيهِ تُسِيمُونَ ﴿١٠﴾ يُنبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿١١﴾

Artinya: “Dia-lah, yang telah menurunkan air hujan dari langit untuk kamu, sebahagiannya menjadi minuman dan sebahagiannya (menyuburkan) tumbuh-tumbuhan, yang pada (tempat tumbuhnya) kamu menggembalakan ternakmu. Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan.” (Q.S an-Nahl: 10-11)

Firman Allah SWT dalam surat an Nahl (16): 10 – 11 menjelaskan bahwa Allah SWT telah memberikan berbagai kenikmatan kepada manusia, mulai dari air hujan sebagai sumber kehidupan yang dapat menumbuhkan berbagai macam tanaman. Kata “*Kulli Tsamaroti*” memiliki arti yaitu, tanaman yang beranekaragam di bumi, yang berbeda-beda warnanya, bentuknya, rasanya,

baunya dan lain sebagainya (al-Maraghi, 1992). Salah satu tanaman yang termasuk di dalamnya adalah vanila. Biji tanaman vanila memiliki komponen utama berupa senyawa vanilin (Handayani, 2011). Vanilin biasa digunakan sebagai zat aditif makanan ataupun minuman. Berdasarkan penelitian Handayani dkk., (2013) vanilin memiliki aktivitas sebagai antikanker namun aktivitasnya cukup lemah. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi struktur vanilin untuk meningkatkan aktivitas antikanker. Modifikasi struktur vanilin merupakan salah satu buah pikir untuk mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan Allah. Modifikasi struktur vanilin menjadi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dilakukan dengan cara sintesis melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt. Sintesis dilakukan dengan variasi mol vanilin. Variasi mol aseton : vanilin yang digunakan yaitu 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5 dan 1:3. Variasi mol dilakukan untuk mengetahui perbandingan mol reaktan terbaik dalam sintesis senyawa target. Kondisi berbeda dalam suatu reaksi dapat memberikan hasil yang berbeda pula, karena suatu reaksi memiliki ketetapan masing-masing, sebagaimana firman Allah Swt dalam surat Qomar (54) ayat 49:

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ ﴿٤٩﴾

Artinya: "Sesungguhnya kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran (QS. Qomar : 49)".

Menurut Shihab (2003) kata *qadar* dalam segi bahasa berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang. Kata *qadar* juga dapat diartikan sebagai ketentuan dan sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Ayat tersebut didukung oleh firman Allah Swt dalam surat al Furqaan (25) ayat 2 :

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿٢﴾

Artinya: “Dan Dia menciptakan segala sesuatu dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya (QS. al Furqaan (25) : 2)”

Kedua ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah menetapkan suatu ukuran dan memberikan petunjuk terhadap semua makhluk kepada ketetapan tersebut (Katsir, 2007).

Firman Allah yang lain dalam surat al A’raaf (7) ayat 58:

وَالْبَلَدُ الطَّيِّبُ يَخْرِجُ نَبَاتُهُ بِإِذْنِ رَبِّهِ وَالَّذِي خَبَثَ لَا يَخْرِجُ إِلَّا نَكِدًا كَذَلِكَ نُصَرِّفُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَشْكُرُونَ ﴿٥٨﴾

Artinya : “Dan tanah yang baik, tanaman-tanamannya tumbuh subur dengan seizing Allah dan tanah yang tidak subur, tanaman-tanamannya hanya tumbuh merana. Demikianlah Kami mengulangi tanda-tanda kebesaran (Kami) bagi orang-orang yang bersyukur (QS. al A’raaf (7) : 58)”

Ayat tersebut menunjukkan bahwa lingkungan berpengaruh dalam pembentukan karakter suatu makhluk, tumbuhan yang tumbuh di tempat yang baik akan tumbuh dengan subur. Begitu pula sebaliknya, tumbuhan yang tumbuh di tempat yang tidak baik maka tidak akan tumbuh subur. Lingkungan sintesis juga berpengaruh terhadap kadar hasil sintesis. Faktor lingkungan seperti waktu penggerusan juga perlu diperhatikan untuk memaksimalkan proses dan hasil sintesis.

Hasil uji kimia menggunakan basa NaOH menunjukkan bahwa senyawa target telah terbentuk. Hal tersebut ditandai dengan perubahan warna dari kuning (produk) menjadi merah (garam produk) pada variasi 1:2; 1:2,5 dan 1:3 dan oranye pada variasi 1:1 dan 1:1,5. Perbedaan warna pada masing-masing variasi disebabkan oleh perbedaan kadar yang terdapat dalam masing-masing produk.

Sebagaimana hasil penelitian ini menunjukkan bahwa Allah SWT adalah maha kuasa atas segala sesuatu. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa dalam menyikapi suatu masalah, manusia hendaknya melihat dari berbagai sisi. Karakterisasi menggunakan KG-SM memunculkan satu puncak yang merupakan

puncak dari reaktan, akan tetapi peneliti menggunakan identifikasi lain menggunakan KLT, uji fisika dan uji kimia yang dapat mendukung terbentuknya senyawa target.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Produk hasil sintesis memiliki karakteristik sifat fisik yaitu berbentuk kristal berwarna kuning dengan titik leleh 68-78 °C. Produk hasil sintesis larut dalam etanol dan kloroform, namun sukar larut dalam air. Sifat kimia produk yaitu adanya perubahan dari warna kuning menjadi merah ketika ditambah basa. Spot 2 hasil KLT diduga kuat sebagai senyawa target dengan nilai R_f 0,63. Spektra FTIR produk menunjukkan adanya serapan gugus hidroksi, karbonil, eter dan C-H aldehyd yang memiliki kemiripan dengan spektra FTIR reaktan yaitu vanilin. Hasil kromatografi memunculkan satu puncak yang merupakan puncak vanilin dengan *base peak* m/z 150,9.

5.2 Saran

1. Perlu adanya pemurnian produk hasil sintesis sehingga dapat dilakukan karakterisasi lebih lanjut menggunakan H-NMR
2. Perlu adanya penelitian lanjutan menggunakan variasi vanilin terhadap aseton lebih dari 3:1 untuk mengetahui mol optimum vanilin dalam sintesis senyawa produk
3. Perlu adanya uji aktivitas antikanker senyawa produk

DAFTAR PUSTAKA

- Al Maraghi, A.M. 1992. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi* 7. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.
- Alarcon, E, Romero, N, Aguilar, H, Teran, J. L, Gomez, A, Roa, L. F, Lobato, C. E dan Escobar, A. 2013. Green Synthesis of Chalcones Derivates of Acetophenone. *10th Green Chemistry Converence an International Event*.
- Ambo, N. 2012. Sintesis Senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-3-buten-2on dengan Katalis Basa Serta Uji Potensinya Sebagai Tabir Surya. *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Asiri, A. M, Marwani, H. M, Alamry, K. A, Al-Amoudi, M. S, Khan, S. A dan El-Daly, S. A. 2014. Green Synthesis, Characterization, Photophysical and Electrochemical Properties of Bis-chalcones. *International Journal of Electrochemical Science*, Vol. 9, Page 799-809.
- Azizah, Y. 2015. Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dan Uji Aktivitas Antioksidan Produknya Terhadap DPPH. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Budimarwanti, C dan Handayani, S. 2010. Efektivitas Katalis Asam Basa Pada Sintesis 2-hidroksikalkon, Senyawa yang Berpotensi Sebagai Zat Warna. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*. ISBN: 978-979-98117-7-6.
- Da'i, M., Fajria, A dan Utami, W. 2010. Synthesis of Curcumin Analog 3,5-bis-(4-hydroxy-3-methoxy-benilidine)-4-piperidinone (monohydrate hydrochloride) with Hydrochloride Acid Catalyst. *Pharmacon*. Vol. 11, No. 1, Page 33-38.
- Day, R.A., dan Underwood, A.L. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Penerjemah: Pujaatmaka, A.H. Edisi ke V. Jakarta: Erlangga.
- Dev, S dan Dhaneshwar, S. R. 2013. A Solvent-Free for the Green Synthesis of Heterocyclic Chalcones. *Journal of Der Pharmacia Lettre*. Vol. 5, No. 5, Page 219-223.
- Fernandes, W. B, Malaspina, L. A, Martins, F. T, Liao, L. M, Camargo, A. J, Lariucci, C, Nodaperez, C dan Napolitano, H. B. 2013. Conformational Variability in A New Terpenoid-Like Bischalcone: Structure and Theoretical Studies. *Journal of Structural Chemistry*. Vol. 54, No. 6, Page 1112-1121.
- Fessenden, R. J dan Fessenden, J. S. 1986. *Kimia Organik*. Edisi Ketiga. Jilid 2. Jakarta : Erlangga.

- Fitriyani. 2015. Optimasi Pembentukan Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon pada Variasi Jenis dan Konsentrasi Katalis Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt dengan Teknik Grinding. *Skripsi*. UIN Sunan Kalijaga.
- Grossman, R. B. 2003. *The Art of Writing Reasonable Organic Mechanism, Second Edition*. New Yor : Springer.
- Handayani, S dan Arty, I. S. 2008. Synthesis of Hydroxyl Radical Scavenger from Benzalacetone and Its Derivatives. *Journal of Physica Science*. Vol. 19, No. 2, Page 61-68.
- Handayani, S, Arianingrum, R dan Haryadi, W. 2013. Aktivitas Antioksidan dan Antikanker Turunan Benzalaseton. *Jurnal Penelitian Saintek*, Vol. 18, No. 1, Page 71-83.
- Handayani, S, Arianingrum, R dan Haryadi, W. 2011. Vanillin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla Planifolia* Andrews) to form Vanillinacetone. *Proceedings at 14th Asian Chemical Congress 2011*. Page 252-257.
- Handayani, S. 2009. Synthesis and Activity Test of Two Asymmetric Dibenzalacetone as Potencial Sunscreen Material. Yogyakarta State University.
- Handayani, S., Matsjeh, S., Anwar, C., dan Atun, S. 2010. Synthesis and Activity Test as Antioxidant of Two hydroxydibenzalacetones. *Proceedings Pure and Applied Chemistry International Conference*. Thailand. Page 686-688.
- Ilhamy, M. B. 2015. Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksi-5-(fenildiazenil) (fenil)-1-fenil-2-propen-1-on dan Uji Aktivitas Antioksidan Produknya Terhadap DPPH. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Katsir, I. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Puataka Imam Syafi'i.
- Kumar, R., Sharma, P.K and Mishra, P.S. 2012. A Review on the Vanillin Derivatives Showing Various Biological Activities. *International Journal of PharmTech Research*, Vol.4, No.1, page 266 - 279.
- Madiyono. 2002. Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dari Vanilin dan Asetofenon. *Skripsi*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Miller, A dan Solomon, P.H. 1999. *Writing Reaction Mechanisms in Organic Chemistry*. Elsevier Science and Technology Books.
- Mogilaiah, K., Swamy, T. K., Chandra, A. V dan Vidya, K. 2010. Claisen-Schmidt Condensation Under Solvent-Free Conditions. *Indian Journal of Chemistry*. Vol. 49B, Page 382-385.
- Pallerous, D. R. 2004. Solvent-Free Synthesis of Chalcones. *Journal of Chemical Education*, Vol.81, No. 9, Page 1345-1347.

- Peter, L. 2010. Thin Layer Chromatography Characterization of the Active Ingredients in Excedrin and Anacin. *Department of Chemistry and Chemical Biology, Stevens Institute of Technology: USA*.
- Prabawati, S. Y., Wijayanto, A dan Wirahadi, A. 2014. Development of Benalacetone Derivative as Sunscreen Agent. *Pharmaciana*. Vol. 4, No. 1, Page 31-38.
- Pranowo, D., Affandi, M.Y., Chandaningrum, W dan Muchalal, M. 2010. Mempelajari Sintesis 4-(hidroksifenil)-3-buten-2-on. *SN-KPK II*. Page 93-99.
- Rahman, A. F. M. M, Ali, R, Jahng, Y and Kadi, A. A. A. 2012. Facile Solvent Free Claisen-Schmidt Reaction: Synthesis of α,α' -bis-(Substituted-benzylidene) cycloalkanones and α,α' -bis-(Substituted-alkylidene)cycloalkanones. *Journal Molecules*. Vol. 17, Page 571-583.
- Rateb, M. N. dan Zohdi, F. H. 2009. Atom-Efficient, Solvent-Free, Green Synthesis of Chalcones by Grinding. *International Journal for Rapid Communication of Synthetic Organic Chemistry*, Vol. 39, No. 15, Page 2789-2794.
- Rohman, A dan Gandjar, I. G. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Sastrapradja, S. J. P, Moge, Murni, S. Jumiati, J. A. 1978. *Palem Indonesia*. Lembaga Biologi Nasional.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: UGM Press.
- Shihab, Q. 2003. *Tafsir Al-Mishbah Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Penerbit Lentera Hati.
- Silverstein, R. M, Webster, F. X dan Kiemle, D. J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Hoboken: John Wiley & Sons Inc.
- Susanti, E. V. H., Matsjeh, S., Mustofa dan Wahyuningsih, T. D. 2014. Improved Synthesis of 2',6'-dihydroxy-3,4-dimethoxychalcone By Grinding Technique To Synthesize 5-hydroxy-3',4'-dimethoxyflavone. *Indo. J. Chem.*, Vol. 14, No. 2: 174 – 178.
- Syamala, B. N., Naidu, M., Sulochanamma, G. S. dan Srivinas, P. 2007. Studies on the Antioxidant Activities of Natural Vanilla Extract and Its Constituent Compounds Through In Vitro Models. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 55, 7738-7743.
- Sykes, P. 1985. *A Guide to Mechanism in Organic Chemistry, Sixth Edition*. Christ's Collage, Cambridge.
- Wade, L. G. 2006. *Organic Chemistry. Sixth Edition*. New Jersey: Pearson Education International.

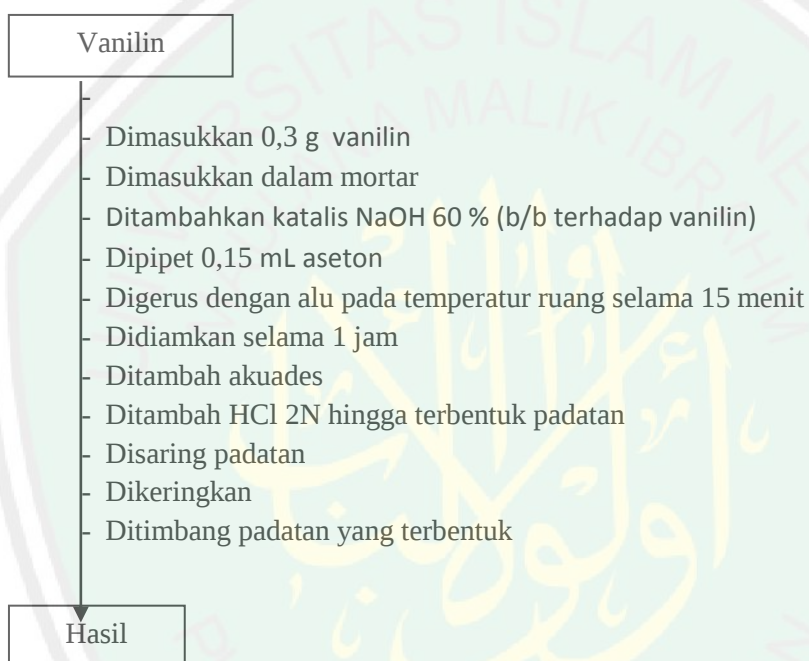
Zangade, S., Mokie, S., Vibhute, A dan Vibhute, Y. 2011. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Chalcones by Using Grinding Techniue. *Chemical Science Journal*. E-ISSN: 21503494.

ZiXing, Shan, XinXiang, LUO, Lin, HU dan XiaoYun, HU. 2010. New Observation on A Class of Old Reactions: Chemoselectivity For The Solvent-Free Reaction of Aromatic Aldehydes With Alkylketones Catalyzed By A Double-Component Inorganic Base System. *Articles Science China Chemistry*, Vol. 53, No. 5: 1095–1101.



Lampiran 1

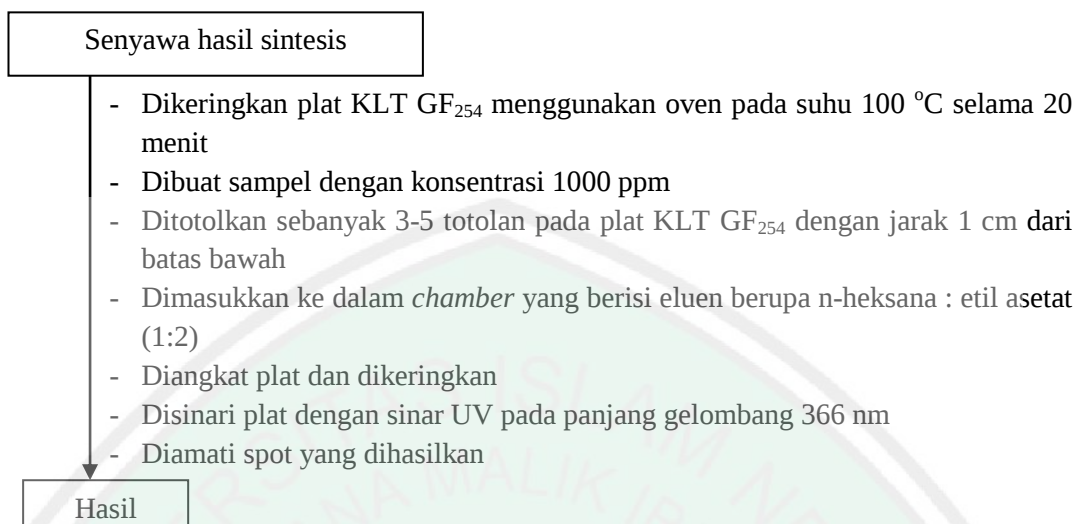
DIAGRAM ALIR

L.1.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on teknik *grinding* (Rahman dkk, 2012)

Variasi mol aseton:vanilin yang digunakan adalah sebagai berikut:

No.	Variasi mol aseton : vanilin	Aseton (mL)	Vanilin (g)	NaOH 60 % b/b (g)
1.	1,0 : 1,0	0,15	0,3	0,18
2.	1,0 : 1,5	0,15	0,46	0,27
3.	1,0 : 2,0	0,15	0,61	0,36
4.	1,0 : 2,5	0,15	0,76	0,46
5.	1,0 : 3,0	0,15	0,91	0,55

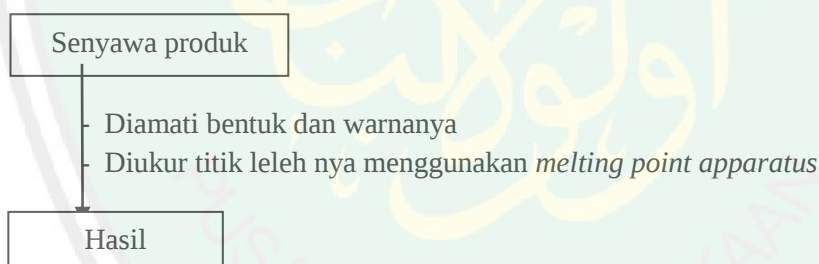
L.1.2 Identifikasi senyawa hasil sintesis dengan KLT



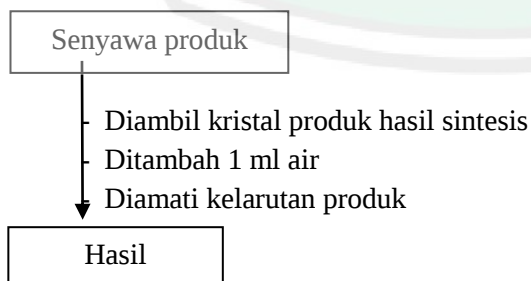
L.1.3 Karakterisasi Senyawa Produk Hasil Sintesis

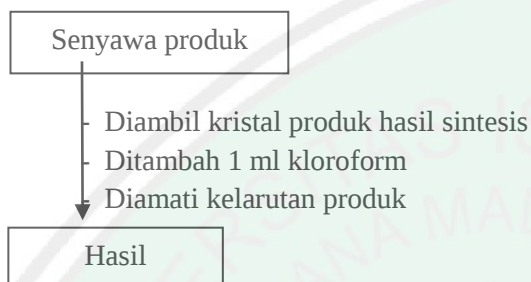
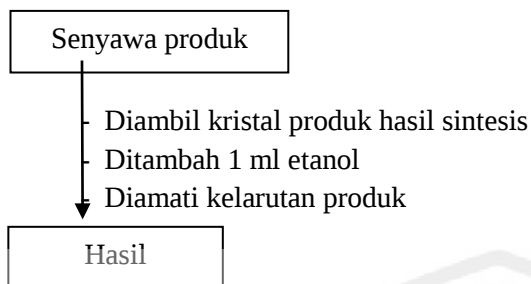
L.1.3.1 Karakterisasi Sifat Fisika dan Kimia Senyawa Produk Hasil Sintesis

Uji bentuk, warna dan titik leleh

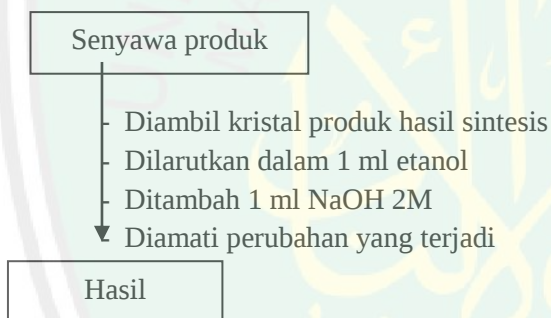


Uji kelarutan

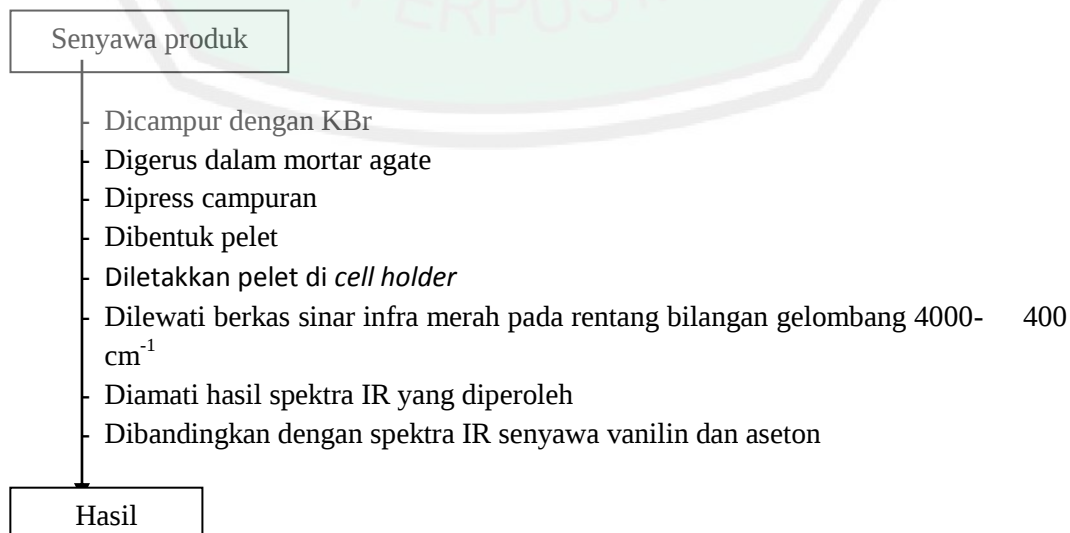




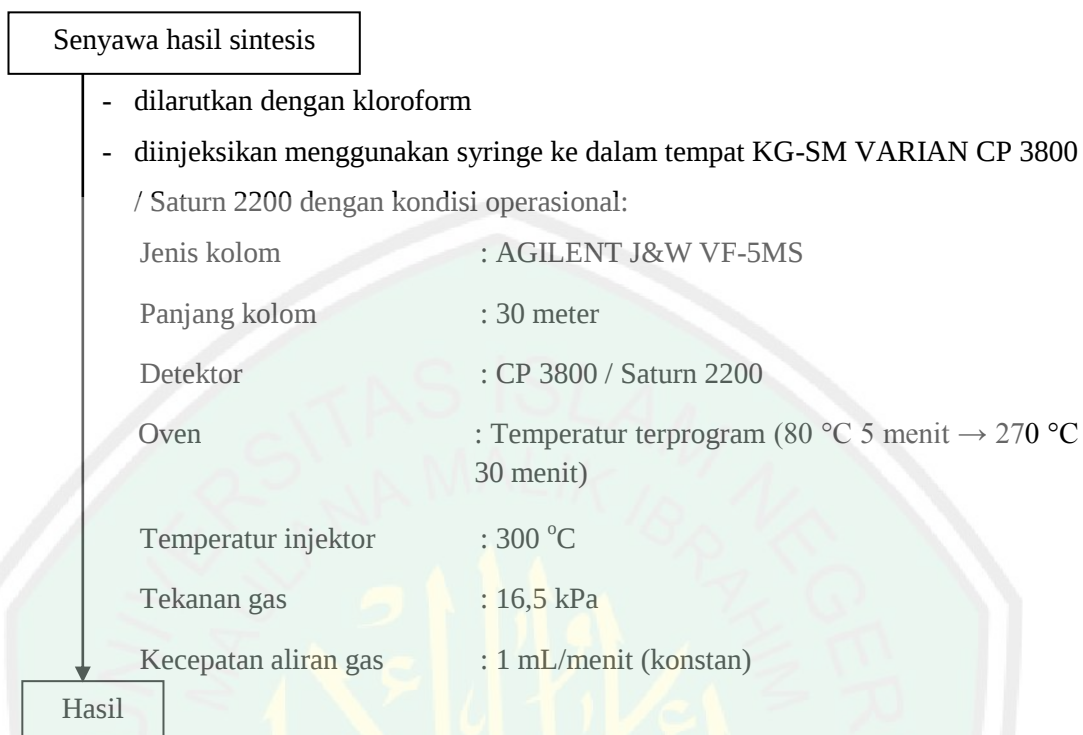
Uji kimia



L.1.3.2 Karakterisasi Senyawa Produk Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometer FTIR



L.1.3.3 Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan KG-SM



Lampiran 2

PERHITUNGAN

L.2.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin (1) 2 mmol

Rumus molekul senyawa (1) = $C_8H_8O_3$
 BM senyawa (1) = 152,1473 g/mol
 Mol senyawa (1) = 2 mmol = 0,002 mol
 Massa senyawa (1) = mol x BM
 = 0,002 mol x 152,1473 g/mol
 = 0,3 g

L.2.2 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin (1) 3 mmol

Rumus molekul senyawa (1) = $C_8H_8O_3$
 BM senyawa (1) = 152,1473 g/mol
 Mol senyawa (1) = 3 mmol = 0,003 mol
 Massa senyawa (1) = mol x BM
 = 0,003 mol x 152,1473 g/mol
 = 0,46 g

L.2.3 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin (1) 4 mmol

Rumus molekul senyawa (1) = $C_8H_8O_3$
 BM senyawa (1) = 152,1473 g/mol
 Mol senyawa (1) = 4 mmol = 0,004 mol
 Massa senyawa (1) = mol x BM
 = 0,004 mol x 152,1473 g/mol
 = 0,61 g

L.2.4 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin (1) 5 mmol

Rumus molekul senyawa (1) = $C_8H_8O_3$
 BM senyawa (1) = 152,1473 g/mol
 Mol senyawa (1) = 5 mmol = 0,005 mol
 Massa senyawa (1) = mol x BM

$$= 0,005 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol}$$

$$= 0,76 \text{ g}$$

L.2.5 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin (1) 6 mmol

Rumus molekul senyawa (1) = $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$

BM senyawa (1) = 152,1473 g/mol

Mol senyawa (1) = 6 mmol = 0,006 mol

Massa senyawa (1) = mol x BM

$$= 0,006 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol}$$

$$= 0,91 \text{ g}$$

L.2.6 Perhitungan Pengambilan Massa Aseton (2) 2 mmol

Rumus molekul senyawa (2) = $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$

BM senyawa (2) = 58,04 g/mol

BJ Senyawa (ρ) = 0,79 g/mL

Mol senyawa (2) = 2 mmol = 0,002 mol

Volume senyawa (2) = $\frac{\text{mol} \times \text{BM}}{\text{BJ}}$

$$= \frac{0,002 \text{ mol} \times 58,04 \text{ g/mol}}{0,79 \text{ g/mL}}$$

$$= 0,15 \text{ mL}$$

L.2.7 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 60 % terhadap 2 mmol vanillin

Rumus molekul senyawa = NaOH

BM Senyawa = 40 g/mol

Massa senyawa = $\frac{60}{100} \times \text{massa vanilin}$

$$= \frac{60}{100} \times 0,3 \text{ g}$$

$$= 0,18 \text{ g}$$

Mol Senyawa = $\frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$

$$= \frac{0,18 \text{ gr}}{40 \text{ g/mol}} = 0,0045 \text{ mol}$$

L.2.8 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 60 % terhadap 3 mmol vanillin

Rumus molekul senyawa = NaOH

BM Senyawa = 40 g/mol

Massa senyawa = $\frac{60}{100} \times \text{massa vanilin}$

$$= \frac{60}{100} \times 0,46 \text{ g}$$

$$= 0,27 \text{ g}$$

Mol Senyawa

$$= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$= \frac{0,27 \text{ gr}}{40 \text{ g/mol}} = 0,0067 \text{ mol}$$

L.2.9 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 60 % terhadap 4 mmol vanillin

Rumus molekul senyawa = NaOH

BM Senyawa = 40 g/mol

Massa senyawa = $\frac{60}{100} \times \text{massa vanilin}$

$$= \frac{60}{100} \times 0,61 \text{ g}$$

$$= 0,36 \text{ g}$$

Mol Senyawa

$$= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$= \frac{0,36 \text{ gr}}{40 \text{ g/mol}} = 0,009 \text{ mol}$$

L.2.10 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 60 % terhadap 5 mmol vanillin

Rumus molekul senyawa = NaOH

BM Senyawa = 40 g/mol

Massa senyawa = $\frac{60}{100} \times \text{massa vanilin}$

$$= \frac{60}{100} \times 0,76 \text{ g}$$

$$= 0,46 \text{ g}$$

Mol Senyawa

$$= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$= \frac{0,46 \text{ gr}}{40 \text{ g/mol}} = 0,0115 \text{ mol}$$

L.2.11 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 60 % terhadap 6 mmol vanillin

Rumus molekul senyawa = NaOH

BM Senyawa = 40 g/mol

Massa senyawa = $\frac{60}{100} \times \text{massa vanilin}$

$$= \frac{60}{100} \times 0,91 \text{ g}$$

$$= 0,55 \text{ g}$$

Mol Senyawa = $\frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$

$$= \frac{0,55 \text{ gr}}{40 \text{ g/mol}} = 0,0137 \text{ mol}$$

L.2.12 Pembuatan Larutan HCl 2 N

ρ = 1,19 g/mL

BM = 36,46 g/mol

n = 1 (jumlah mol ion H^+)

Normalitas = $n \times M$

$$= n \times \frac{\rho \times \% \times 10}{\text{BM}}$$

$$= 1 \times \frac{1,19 \text{ g/mL} \times 37\% \times 10}{36,46 \text{ g/mol}}$$

$$= 12,08 \text{ mol/mL (N)}$$

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$12,08 \text{ N} \times V_1 = 2 \text{ N} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,28 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,3 \text{ mL}$$

Cara pembuatannya yaitu dipipet HCl pekat 37% dengan pipet ukur 10 mL sebanyak 8,3 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL yang berisi ± 8 mL aquades. Ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogen. Perlakuan ini dilakukan dalam lemari asap.

L.2.13 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis (3) Variasi

Mol Vanilin: aseton (1:1)

Reaksi = Senyawa Vanilin (1) + Senyawa Aseton (2) Senyawa (3) + Air

Reaksi	Vanilin	+	Aseton	→	Senyawa 3
Mula-mula	2 mmol		2 mmol		-
Bereaksi	2 mmol		1 mmol		1 mmol
Setimbang	-		1 mmol		1 mmol

BM Senyawa : 326 g/mol

Mol Senyawa : 0,001 mol

Massa Teoritis : Mol x BM

: 0,001 mol x 326 g/mol

: 0,326 g

Massa Hasil Sintesis : 0,1821 g

Rendemen : $\frac{\text{massa hasil sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$

: $\frac{0,1821 \text{ g}}{0,326 \text{ g}} \times 100 \%$

: 55,86 %

L.2.14 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis (3) Variasi

Mol Vanilin: aseton (1,5:1)

Reaksi = Senyawa Vanilin (1) + Senyawa Aseton (2) Senyawa (3) + Air

Reaksi	Vanilin	+	Aseton	→	Senyawa 3
Mula-mula	3 mmol		2 mmol		-
Bereaksi	3 mmol		1,5 mmol		1,5 mmol
Setimbang	-		0,5 mmol		1,5 mmol

BM Senyawa : 326 g/mol

Mol Senyawa : 0,001 mol

Massa Teoritis : Mol x BM

$$\begin{aligned}
 &: 0,001 \text{ mol} \times 326 \text{ g/mol} \\
 &: 0,326 \text{ g} \\
 \text{Massa Hasil Sintesis} &: 0,3508 \text{ g} \\
 \text{Rendemen} &: \frac{\text{massa hasil sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\
 &: \frac{0,3508 \text{ g}}{0,326 \text{ g}} \times 100 \% \\
 &: 107,6 \%
 \end{aligned}$$

L.2.15 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis (3) Variasi

Mol Vanilin: aseton (2:1)

Reaksi = Senyawa Vanilin (1) + Senyawa Aseton (2) Senyawa (3) + Air

Reaksi	Vanilin	+	Aseton	→	Senyawa 3
Mula-mula	4 mmol		2 mmol		-
Bereaksi	4 mmol		2 mmol		2 mmol
Setimbang	-		-		2 mmol

$$\begin{aligned}
 \text{BM Senyawa} &: 326 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol Senyawa} &: 0,002 \text{ mol} \\
 \text{Massa Teoritis} &: \text{Mol} \times \text{BM} \\
 &: 0,002 \text{ mol} \times 326 \text{ g/mol} \\
 &: 0,652 \text{ g} \\
 \text{Massa Hasil Sintesis} &: 0,2965 \text{ g} \\
 \text{Rendemen} &: \frac{\text{massa hasil sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\
 &: \frac{0,2965 \text{ g}}{0,652 \text{ g}} \times 100 \% \\
 &: 45,5 \%
 \end{aligned}$$

L.2.16 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis (3) Variasi

Mol Vanilin: aseton (2,5:1)

Reaksi = Senyawa Vanilin (1) + Senyawa Aseton (2) Senyawa (3) + Air

Reaksi	Vanilin	+	Aseton	→	Senyawa 3
Mula-mula	5 mmol		2 mmol		-
Bereaksi	5 mmol		2 mmol		2 mmol
Setimbang	1 mmol		-		2 mmol

BM Senyawa : 326 g/mol

Mol Senyawa : 0,002 mol

Massa Teoritis : Mol x BM

: 0,002 mol x 326 g/mol

: 0,652 g

Massa Hasil Sintesis : 0,5199 g

Rendemen : $\frac{\text{massa hasil sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$

: $\frac{0,5199 \text{ g}}{0,652 \text{ g}} \times 100 \%$

: 79,74 %

L.2.17 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis (3) Variasi

Mol Vanilin: aseton (3:1)

Reaksi = Senyawa Vanilin (1) + Senyawa Aseton (2) Senyawa (3) + Air

Reaksi	Vanilin	+	Aseton	→	Senyawa 3
Mula-mula	6 mmol		2 mmol		-
Bereaksi	6 mmol		2 mmol		2 mmol
Setimbang	2 mmol		-		2 mmol

BM Senyawa : 326 g/mol

Mol Senyawa : 0,002 mol

Massa Teoritis : Mol x BM

: 0,002 mol x 326 g/mol

: 0,652 g

Massa Hasil Sintesis : 0,6639 g

Rendemen : $\frac{\text{massa hasil sintesis}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$

: $\frac{0,6639 \text{ g}}{0,652 \text{ g}} \times 100 \%$

: 101,8 %

L.2.18 Perhitungan nilai Rf

Rf : $\frac{\text{jarak tempuh senyawa}}{\text{jarak tempuh eluen}}$

Rf vanilin : $\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,78$

Variasi 1

Rf spot 1 : $\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,78$ Rf spot 2 : $\frac{5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,63$

Variasi 2

Rf spot 1 : $\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,78$ Rf spot 2 : $\frac{5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,63$

Variasi 3

Rf spot 1 : $\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,78$ Rf spot 2 : $\frac{5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,63$

Variasi 4

Rf spot 1 : $\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,78$ Rf spot 2 : $\frac{5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,63$

Variasi 5

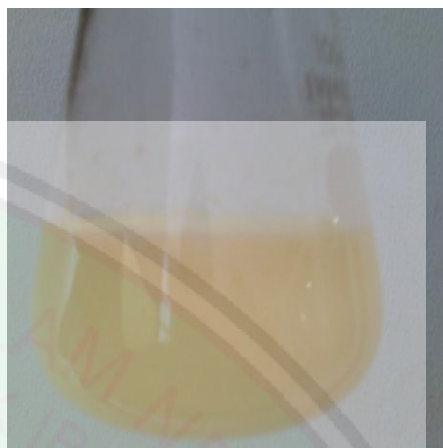
Rf spot 1 : $\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,78$ Rf spot 2 : $\frac{5 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,63$

Lampiran 3

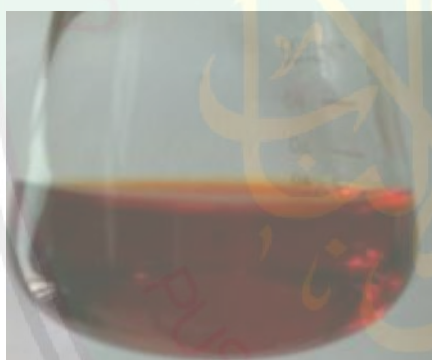
Dokumentasi



Hasil setelah penggerusan selama 15 menit



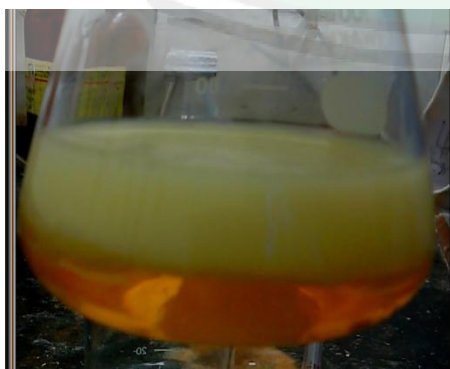
Setelah penambahan HCl 2M



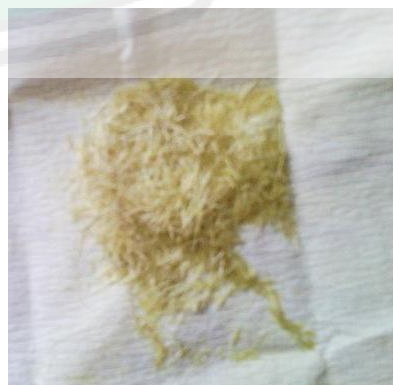
Penambahan air



Proses pembentukan kristal



Penambahan HCl 2M



Kristal hasil sintesis



Sebelum ekstraksi cair-cair variasi
aseton : vanilin (1:1,5)



Produk hasil sintesis dalam etanol



Produk hasil sintesis dalam etanol
setelah penambahan basa (NaOH
2M)



Setelah ekstraksi cair-cair variasi
aseton : vanilin (1:1,5)



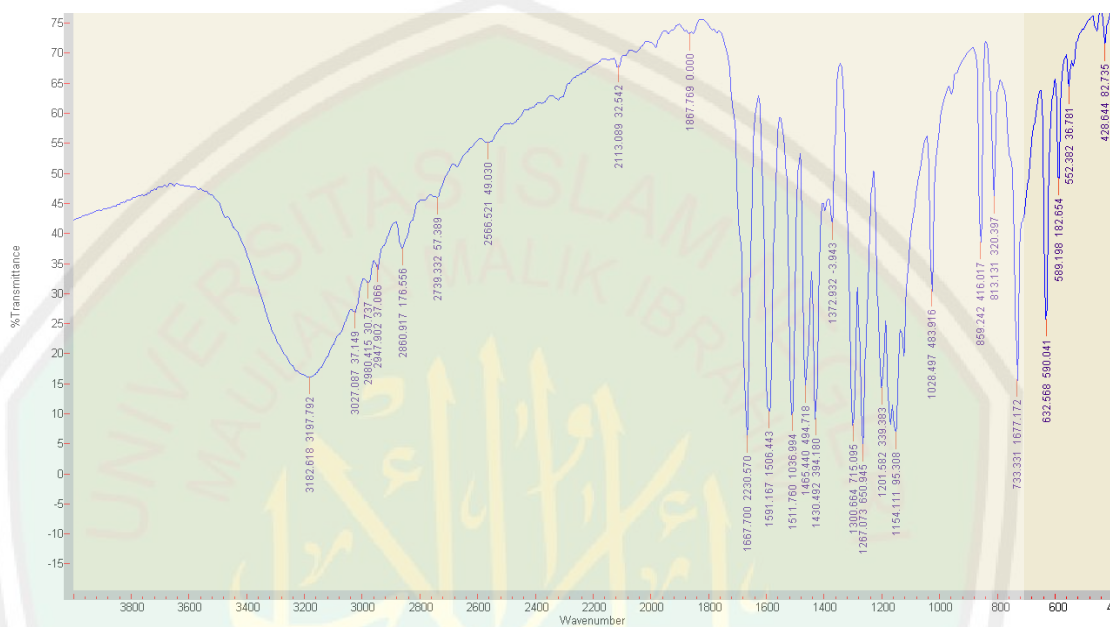
Hasil KLT dengan eluen
n-heksana:etil asetat (1:2) (366 nm)



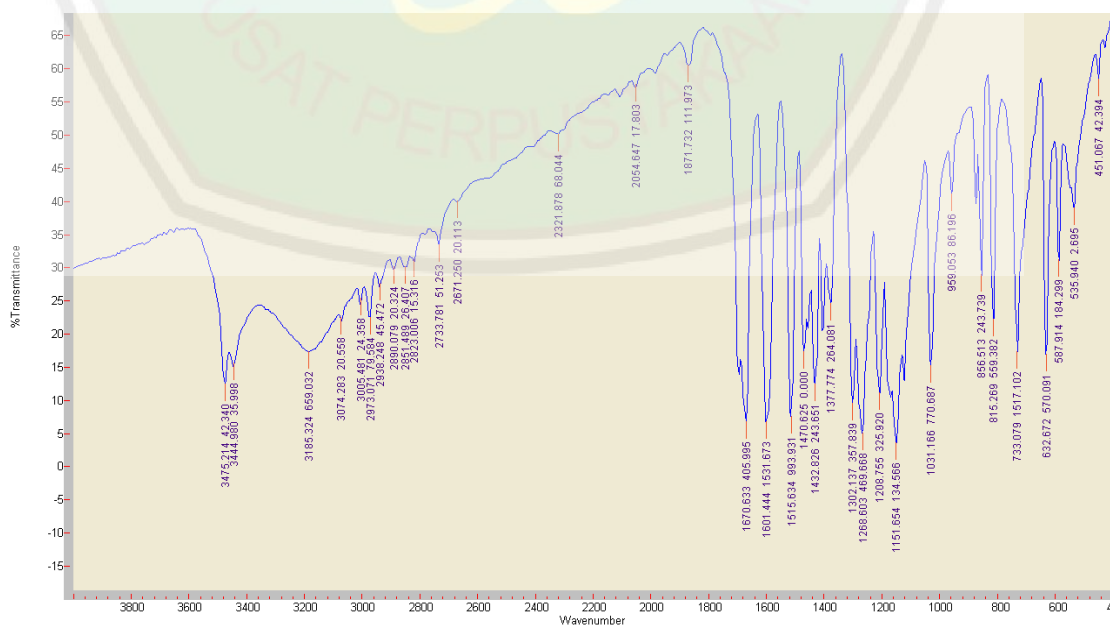
Kristal produk setelah proses rotav

Lampiran 4.

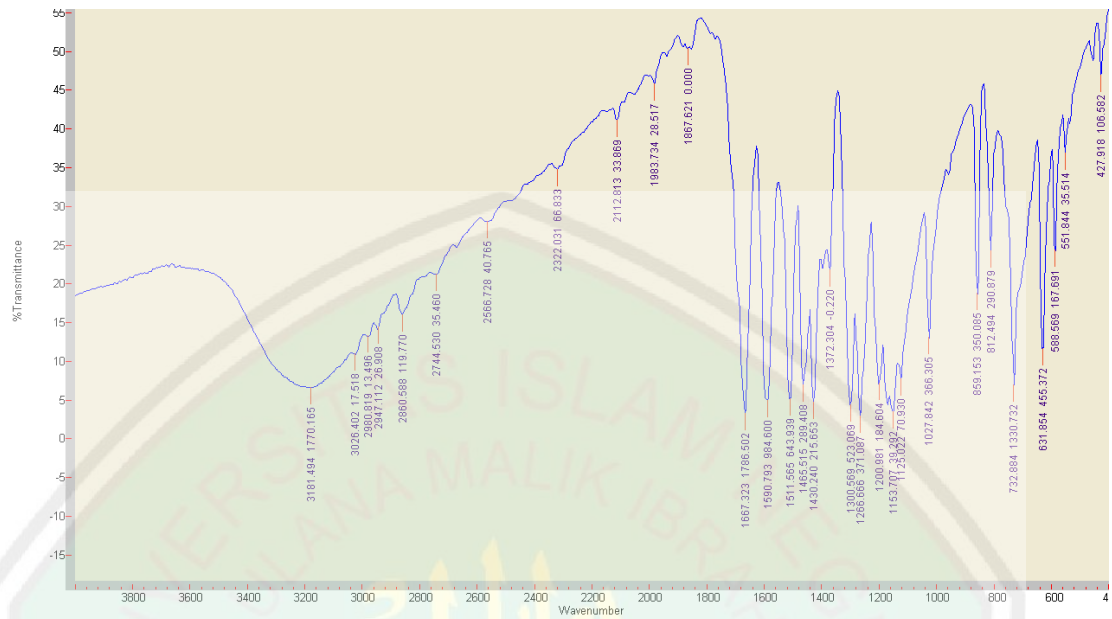
Spektra FTIR senyawa produk hasil sintesis



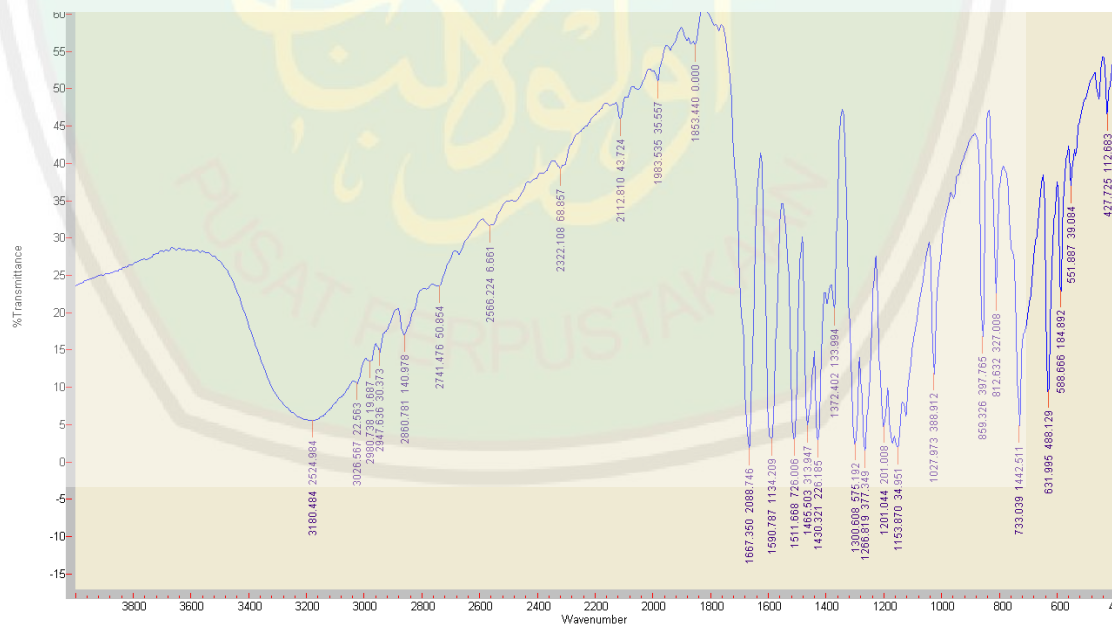
Spektra FTIR produk sintesis variasi 1



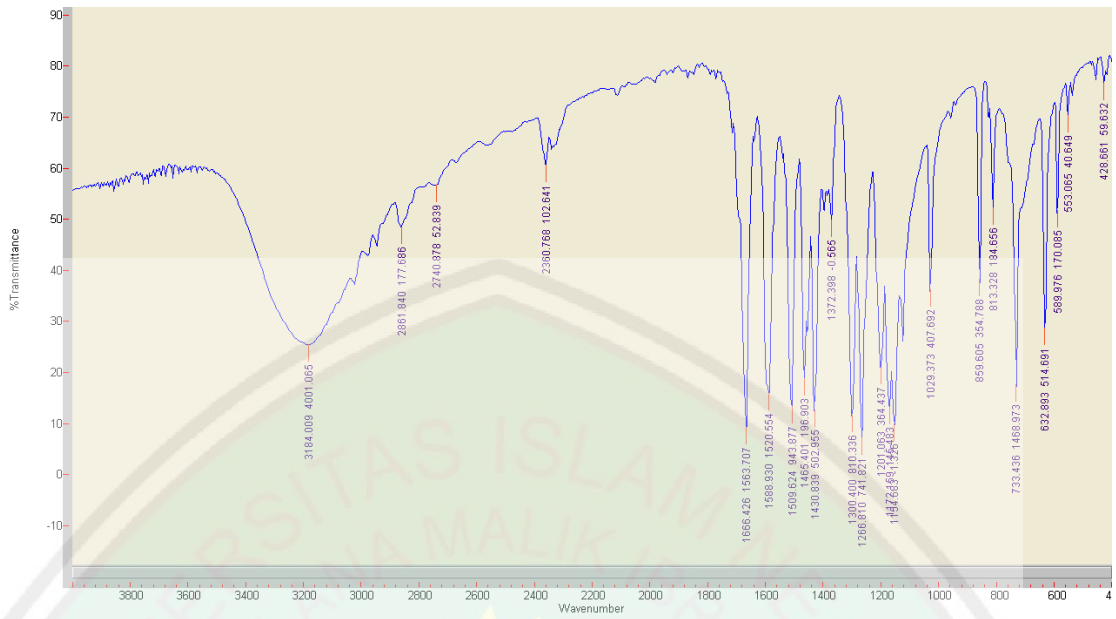
Spektra FTIR produk sintesis variasi 2



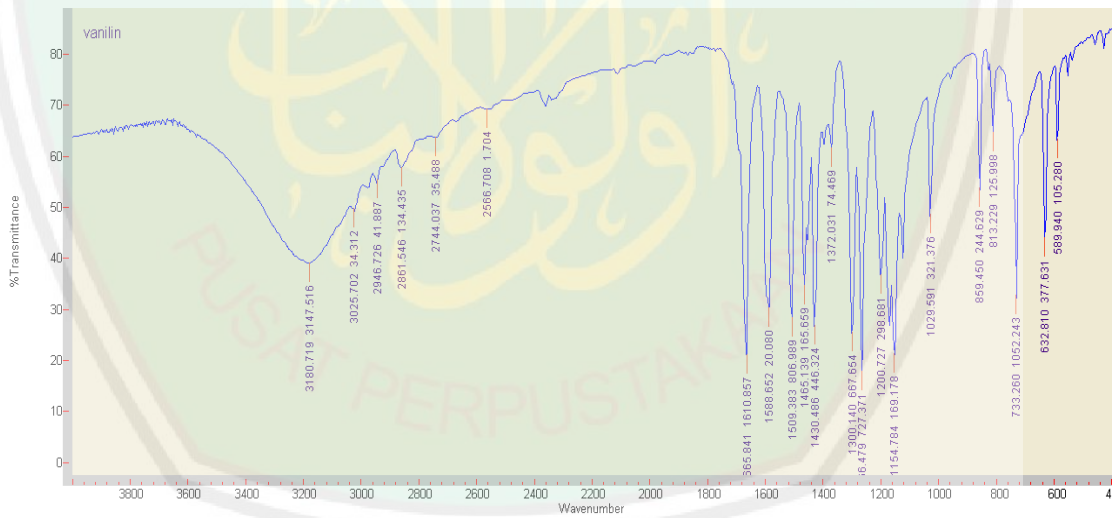
Spektra FTIR produk sintesis variasi 3



Spektra FTIR produk sintesis variasi 4

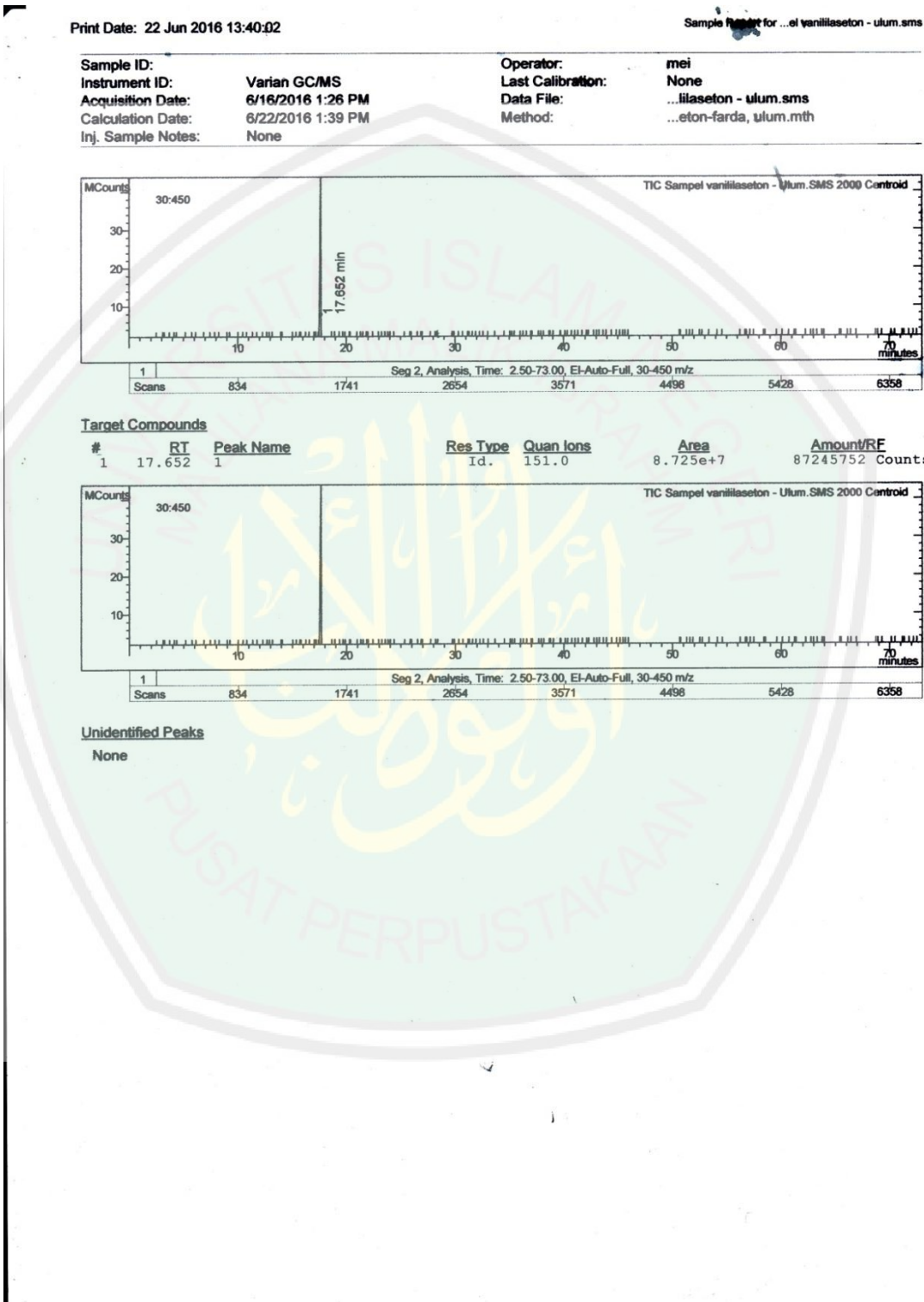


Spektra FTIR produk sintesis variasi 5



Spektra FTIR vanilin

Kromatogram KG

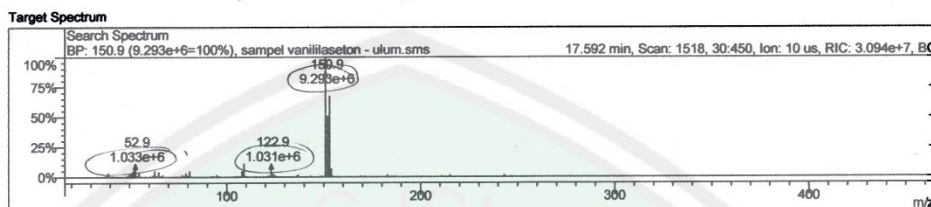


Lampiran 6

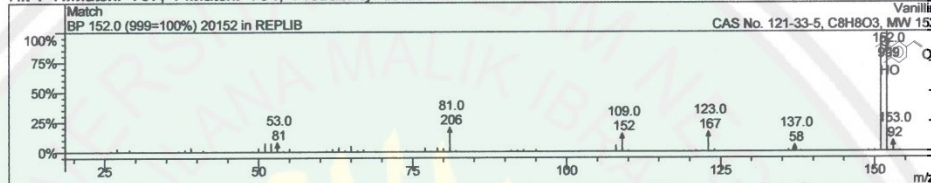
Spektra MS

Print Date: 22 Jun 2016 13:41:42

Best 5 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum



Hit 1 R.Match: 767, F.Match: 754, Probability: 39.20



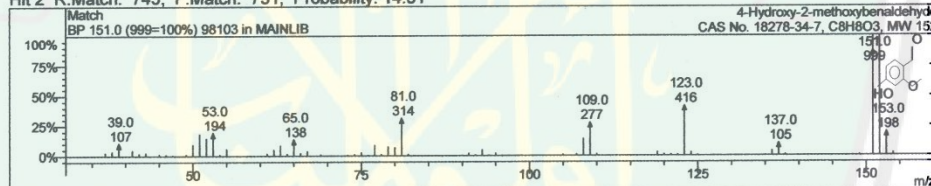
Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Hit 2 R.Match: 745, F.Match: 731, Probability: 14.31



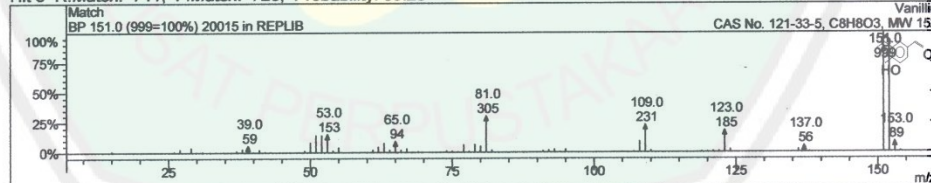
Spectrum 98103 from MAINLIB Library

Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde

Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

Hit 3 R.Match: 741, F.Match: 728, Probability: 39.20



Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z