

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

**SKRIPSI**

Oleh:  
**FARDA FARCHANA**  
NIM. 12630097



**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 KATALIS NaOH MELALUI  
REAKSI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT MENGGUNAKAN  
TEKNIK PENGGERUSAN**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**FARDA FARCHANA**  
**NIM. 12630097**

**Diajukan Kepada:**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**Universitas Islam Negeri 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 KATALIS NaOH MELALUI REAKSI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT MENGGUNAKAN TEKNIK PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:  
**FARDA FARCHANA**  
NIM. 12630097

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :  
Tanggal : 27 Oktober 2016

Pembimbing I

  
**Rachmawati Ningsih, M.Si**  
NIP. 19810311 200801 2 010

Pembimbing II

  
**Nur Aini, M.Si**  
NIDT. 19840608 20160801 2 070

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia



  
**Elok Kamillah 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 KATALIS NaOH MELALUI  
REAKSI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT MENGGUNAKAN  
TEKNIK PENGGERUSAN**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
FARDA FARCHANA  
NIM. 12630097**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal : 27 Oktober 2016**

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Diana Candra Dewi, M.Si</b>	(.....)
	<b>NIP. 19770720 200312 2 001</b>	
<b>Ketua Penguji</b>	<b>: Ahmad Hanapi, M.Sc</b>	(.....)
	<b>NIDT. 19851225 20160801 1 069</b>	
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Rachmawati Ningsih, M.Si</b>	(.....)
	<b>NIP. 19810811 200801 2 010</b>	
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Nur Aini, M.Si</b>	(.....)
	<b>NIDT. 19840608 20160801 2 070</b>	

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan Kimia**



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

**SURAT PERNYATAAN  
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Farda Farchana  
NIM : 12630097  
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia  
Judul Penelitian : “Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)  
penta-1,4-dien-3-on dengan Variasi Mol Katalis NaOH  
Melalui Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt  
Menggunakan 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 yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 27 Oktober 2016  
Yang Membuat Pernyataan,



**Farda Farchana**  
NIM. 12630097

## KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Assalamu 'alaikum Wr. Wb.*

Puji syukur ke hadirat Allah Swt yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis atas terselesaikannya skripsi dengan judul **“Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan Variasi Mol Katalis NaOH Melalui Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt Menggunakan Teknik Penggerusan”**. Shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan Nabi Muhammad Saw yang telah membimbing umat ke jalan yang benar, yaitu jalan yang diridhai Allah Swt.

Seiring terselesaikannya penyusunan skripsi ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul M. drh, 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 dosen pembimbing utama, Ibu Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing agama, Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc selaku konsultan dan Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen penguji yang dengan sabar telah memberikan banyak pengarahan dan pengalaman yang berharga.
5. Seluruh dosen dan laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu serta pengalaman yang berharga sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
6. Ayah, Ibu, Kakak dan seluruh keluarga tercinta yang senantiasa memberikan doa dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu.
7. Tim Sintesis Organik (Wardah El Maila, Agung Priatama, Chafidzotul Ulum) yang telah memberikan semangat dan selalu membantu selama proses penelitian.

8. Teman-teman mahasiswa angkatan 2012 Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan doa, semangat, motivasi dan pengalaman yang tidak pernah terlupakan.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya penulis secara pribadi. *Amin Yaa Robbal Alamin.*

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, Oktober 2016

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN</b> .....	iv
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR PERSAMAAN</b> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>ABSTRAK</b> .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	5
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah .....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Vanilin (4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida) .....	8
2.2 Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt .....	9
2.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA .....	16
2.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR ...	17
2.5 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan KG-SM .....	18
2.6 Pemanfaatan Senyawa Hasil Sintesis dalam Perspektif Islam .....	19
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian .....	22
3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....	22
3.2.1 Alat Penelitian .....	22
3.2.2 Bahan Penelitian .....	22
3.3 Rancangan Penelitian .....	22
3.4 Tahapan Penelitian .....	23
3.5 Cara Kerja .....	23
3.5.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien 3-on .....	23
3.5.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA .....	24
3.5.3 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk ..	25
3.5.3.1 Pengamatan Sifat Fisik .....	25
3.5.3.2 Uji Kimia .....	25

3.5.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR .....	25
3.5.5 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan KG-SM .....	25
3.6 Analisis Data .....	26

#### **BAB IV PEMBAHASAN**

4.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on Melalui Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt .....	27
4.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA .....	30
4.3 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk .....	32
4.3.1 Pengamatan Sifat Fisik Senyawa Produk .....	32
4.3.2 Uji Kimia Senyawa Produk .....	33
4.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR ...	35
4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan KG-SM .....	37
4.6 Sintesis dalam Perspektif Islam .....	39

#### **BAB V PENUTUP**

5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran .....	43

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	45
<b>LAMPIRAN</b> .....	49

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Retrosintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on .....	5
Gambar 2.1 Struktur Vanilin.....	8
Gambar 2.2 Reaksi pembentukan ion enolat dari aseton .....	9
Gambar 2.3 Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton dan benzaldehida.....	12
Gambar 2.4 Tahap adisi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt .....	13
Gambar 2.5 Tahap dehidrasi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt .....	14
Gambar 2.6 Tahap pertama reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pembentukan senyawa target.....	14
Gambar 2.7 Tahap kedua reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pembentukan senyawa target.....	15
Gambar 2.8 Ion molekuler senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on .....	19
Gambar 4.1 Reaksi kondensasi satu mol aseton dengan dua mol vanilin.....	28
Gambar 4.2 Perbandingan struktur senyawa benzaldehida dan vanilin.....	29
Gambar 4.3 Hasil identifikasi menggunakan KLTA .....	30
Gambar 4.4 Hasil uji kimia .....	33
Gambar 4.5 Reaksi pembentukan garam pada 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on.....	34
Gambar 4.6 Spektra FTIR senyawa vanilin .....	35
Gambar 4.7 Gabungan spektra FTIR senyawa produk variasi 1-4 .....	36
Gambar 4.8 Kromatogram senyawa produk variasi 4.....	37
Gambar 4.9 Spektra massa senyawa vanilin.....	38
Gambar 4.10 Pola fragmentasi vanilin.....	38

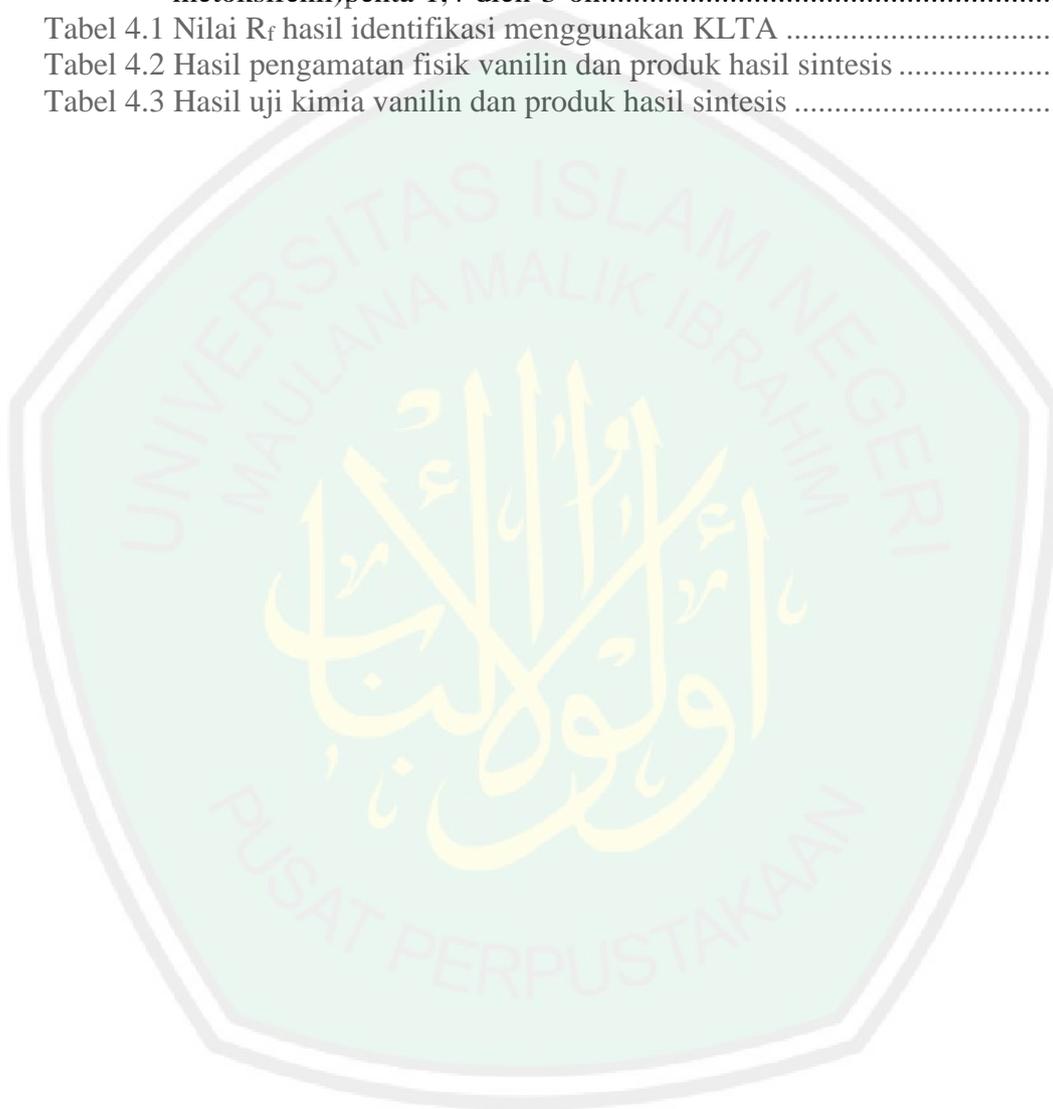
## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Nilai $R_f$ .....	24
---------------------------------	----



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Variasi mol NaOH .....	11
Tabel 2.2 Hasil dan variasi mol reaktan.....	12
Tabel 3.1 Variasi mol NaOH pada sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3- metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on.....	24
Tabel 4.1 Nilai R <sub>f</sub> hasil identifikasi menggunakan KLTA .....	30
Tabel 4.2 Hasil pengamatan fisik vanilin dan produk hasil sintesis .....	32
Tabel 4.3 Hasil uji kimia vanilin dan produk hasil sintesis .....	33



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....	49
Lampiran 2 Perhitungan.....	52
Lampiran 3 Hasil analisis FTIR dan KG-SM .....	55
Lampiran 4 Dokumentasi.....	58
Lampiran 5 Persembahan dan Motto .....	62



## ABSTRAK

Farchana, F. 2016. **Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan Variasi Mol NaOH Melalui Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt Menggunakan Teknik Penggerusan.** Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Pembimbing II: Nur Aini, M.Si. Konsultan: Ahmad Hanapi, M.Sc.

---

**Kata kunci:** 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on, Kondensasi Claisen-Schmidt, Teknik penggerusan

Sintesis senyawa yang sesuai dengan prinsip *green chemistry* dinamakan *green-synthesis*, salah satunya adalah teknik penggerusan yang memberikan waktu reaksi relatif singkat serta ramah lingkungan. Penelitian dilakukan untuk sintesis dan karakterisasi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan teknik penggerusan.

Sintesis senyawa target dilakukan dengan menggerus vanilin (6 mmol), aseton (2 mmol) dan NaOH dengan variasi mol (4, 8, 12 dan 16 mmol) selama 15 menit. Padatan hasil penggerusan dilarutkan dalam 20 mL akuades sampai larut sempurna, kemudian ditambahkan HCl 2 M sampai terbentuk kristal, penambahan HCl dihentikan jika larutan menjadi kuning keruh dan didiamkan selama 24 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator serta ditimbang dengan neraca analitik hingga konstan. Kristal senyawa produk diukur titik lelehnya, dilakukan uji kimia serta diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis, spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa.

Hasil uji kimia terhadap produk dengan jumlah NaOH 4 mmol menghasilkan larutan tak berwarna. Hasil uji kimia terhadap produk dengan jumlah NaOH 8, 12 dan 16 mmol menghasilkan larutan berwarna merah dengan intensitas warna semakin pekat yang mengindikasikan terbentuknya senyawa garam dienon. Produk hasil sintesis dengan jumlah NaOH 16 mmol mempunyai karakteristik yaitu kristal berwarna kuning dengan titik leleh 75-78 °C. Identifikasi menggunakan KLT menghasilkan noda dengan nilai  $R_f$  0,631 dan berbeda dari noda yang dihasilkan oleh standar vanilin ( $R_f$  0,775). Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya gugus aromatis (1590 dan 1465  $\text{cm}^{-1}$ ), hidroksil (3188  $\text{cm}^{-1}$ ), karbonil (1667  $\text{cm}^{-1}$ ) dan eter (1266  $\text{cm}^{-1}$ ).

## ABSTRACT

Farchana, F. 2016. **Synthesis of 1,5-bis(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)penta-1,4-dien-3-one with Moles Variety of NaOH Through Claisen-Schmidt Condensation Reaction Using Grinding Technique.** Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Supervisor II: Nur Aini, M.Si. Consultant: Ahmad Hanapi, M.Sc.

---

**Key words:** 1,5-bis(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)penta-1,4-dien-3-one, Claisen-Schmidt condensation, Grinding technique

Compound synthesis in accordance with the principles of green chemistry is known as green synthesis, one of that is grinding technique which is effective used because it has short reaction time, good yield and environmental friendly. The study was conducted to synthesis and characterization of 1,5-bis(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)penta-1,4-dien-3-one.

Synthesis of target compound is done by grinding vanillin (6 mmol), acetone (2 mmol) and NaOH with moles variety (4, 8, 12 and 16 mmol) for 15 minutes. Solids dissolved in 20 mL of distilled water until it dissolved perfectly, then added HCl 2 M to the crystal is formed, addition of HCl 2 M is stopped if the solution becomes cloudy yellow and silenced for 24 hours. Filtered crystal, dried in desiccator and weighed up to constant. Crystals of products measured the melting point, conducted chemical test and identified using Thin Layer Chromatography, Fourier Transform Infrared (FTIR) spectrophotometer and Gas Chromatography-Mass Spectrometer.

Chemical test of product of NaOH 4 mmol resulting colorless solution. While the chemical test of product of NaOH 8, 12 and 16 mmol resulting red solution with increasingly of intensity, indicating the formation of compound dienone salt. Product of NaOH 16 mmol has characteristic that are yellow crystalline with melting point of 75-78 °C. Identification using TLC resulting spot with  $R_f$  value of 0,631 and different from spot owned by standard vanillin ( $R_f$  0,775). The results of the characterization using FTIR spectrophotometer showed groups of aromatics ( $1465$  and  $1590\text{ cm}^{-1}$ ), hydroxyl ( $3188\text{ cm}^{-1}$ ), carbonyl ( $1667\text{ cm}^{-1}$ ) and ether ( $1266\text{ cm}^{-1}$ ).

## المخلص

فرحانا، ف. ٢٠١٦. إصطناع مركب ١،٥-بيس(٤-هيدروكسي-٣-ميثكسي فينيل)بيتا-١،٤-دينا-٣-اون من خلال كلايسين-شميت التكتيف مع الإختلاف مول الصوديوم هيدروكسيد بأسلوب الطحن. المشرفة الأولى: رحمواتي نينجسية الماجستير العالمية. المشرفة الثاني: نور عيني الماجستير العالمية. المستشار: أحمد حنفي الماجستير العالمي.

كلمات البحث: ١،٥-بيس(٤-هيدروكسي-٣-ميثكسي فينيل)بيتا-١،٤-دينا-٣-اون، كلايسين-شميت التكتيف، أسلوب الطحن

إصطناع المركب الذي وفق بقاعدة الكيمياء الخضراء يسمّ إصطناع الأخضر. احدى أسلوبه اي بأسلوب الطحن. يعطى هذا الأسلوب على وقت قصير في ردّ الفعل و إنتاجية كثيرة و محيطي لطيف. و اما الهدف من هذا البحثي لإصطناع و توصف مركب ١،٥-بيس(٤-هيدروكسي-٣-ميثكسي فينيل)بيتا-١،٤-دينا-٣-اون من خلال كلايسين-شميت التكتيف بأسلوب الطحن.

يقام إصطناع المركب المستهدف بطحن المركب الفانيلين (٦ ملمول)، أسيتون (٢ ملمول) و الصوديوم هيدروكسيد مع إختلاف مول (٤، ٨، ١٢، ١٦ ملمول) حول ١٥ دقائق. يذاب المواد الصلبة من نتيجة الطحن في الماء ٢٠ مليليترا تماما، ثم يزداد الهيدروكلوريك ٢ مولر حتى يشكل بلورة، يوقف زيادة الهيدروكلوريك إذا صار ذوبان أصفر عكرا و ينتظر حول ٢٤ ساعات. ترشح بلورة ثم تجفف في المجفف وعاء للتجفيف ثم توزن بميران التحليلي حتى تكون ثابتا. يقاس البلور دزجة الإنصهار و يقام إختبار كيميائية و يعرف بالطبقة الرقيقة اللوني و فورييه مطياف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) و الغاز اللوني مطياف الكتلة.

حصل إختبار كيميائية لنتيجة الصوديوم هيدروكسيد ٤ ملمول ذوبان عديم اللون و حصل إختبار كيميائية لنتائج الصوديوم هيدروكسيد ٨، ١٢ و ١٦ ملمول ذوبان احمر مع زيادة قوة اللون و أشار ذلك الى تشكيل ملح دينون. و اما نتيجة الإصطناع هي البلور الأصفر مع درجة الإنصهار ٧٥-٧٩ درجة مئوية. حصل تعيين طبقة الرقيقة اللوني على نقطة مع قيمة الترددات الأسلكية ٠،٦٣، إختلفها نقطة فانيليا (٠،٧٧٥). و ظهر النتيجة فورييه مطياف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) انّ لأربع نتائج لهم أنصاف OH- (٣١٨٨ سم<sup>-١</sup>)، C=C- (١٥٩٠ و ١٤٦٥ سم<sup>-١</sup>)، C=O (١٦٦٧ سم<sup>-١</sup>)، و C-O-C (١٢٦٦ سم<sup>-١</sup>).

## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida merupakan senyawa aktif dalam tumbuhan *Vanilla planifolia* (Handayani, dkk., 2011) yang memiliki tiga gugus fungsi utama yaitu aldehida, eter dan alkohol (Kumar, dkk., 2012). Pemanfaatan vanilin dalam kehidupan sehari-hari adalah sebagai bahan tambahan makanan. Di sisi lain, vanilin sebagai salah satu senyawa fenolat berpotensi menjadi senyawa antikanker terhadap sel HeLa dengan nilai  $IC_{50}$  sebesar 1.360,17 ppm. Namun, nilai  $IC_{50}$  senyawa vanilin yang cukup besar menunjukkan bahwa senyawa tersebut memiliki aktivitas yang rendah terhadap sel HeLa sehingga perlu dilakukan modifikasi struktur vanilin menjadi turunannya untuk meningkatkan aktivitas antikanker. Salah satu senyawa hasil modifikasi struktur vanilin yaitu 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on sangat berpotensi sebagai senyawa antikanker terhadap sel HeLa (kanker serviks) dengan nilai  $IC_{50}$  sebesar 10,26 ppm (Handayani, dkk., 2013).

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

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِلاَفِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَبْصَارِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ  
يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا  
بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

*“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.”*

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 dan gamblang (Kasir, 2000). 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 (Shihab, 2002).

Salah satu penerapan akal yang sempurna untuk mengambil manfaat dari apa yang diciptakan oleh Allah Swt adalah proses isolasi senyawa aktif vanilin dalam buah vanila. Kandungan senyawa vanilin dalam buah vanila sebesar 1,5-3 % (Handayani, dkk., 2011). Namun, karena proses yang cukup rumit terutama dalam hal pemurnian dan jumlah yang dihasilkan tidak cukup banyak maka para kimiawan mulai beralih dari proses isolasi menjadi proses sintesis. Para kimiawan secara tradisional telah melakukan sintesis pada pembuktian akhir struktur molekul hasil alam yang diisolasi dari sumber tumbuhan dan hewan. Kesamaan ciri antara zat alam dan hasil sintesis ditentukan secara kimia dan fisika. Lebih jauh lagi, dengan menggunakan prinsip-prinsip reaksi kimia organik dan pendekatan diskoneksi yang telah dipelajari serta untuk tujuan meningkatkan manfaat maka dapat dilakukan

modifikasi struktur senyawa vanilin menjadi senyawa turunannya yaitu senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on (Willis dan Willis, 2004).

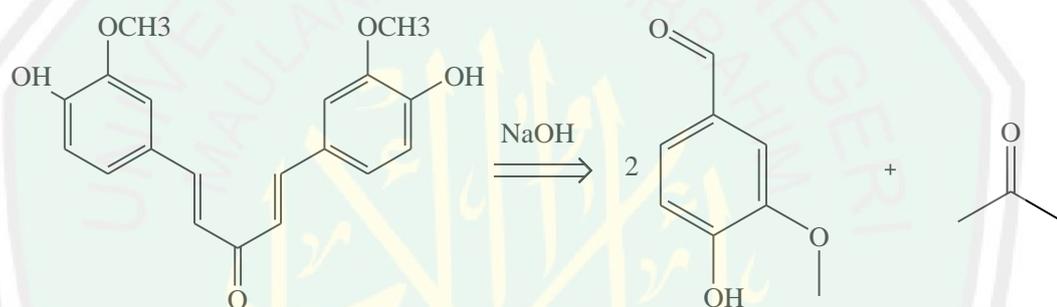
Modifikasi struktur vanilin dilakukan melalui kondensasi aldol silang (*cross aldol condensation*) dengan senyawa karbonil lain yang memiliki H $\alpha$  (Pranowo, dkk., 2010). Reaksi kondensasi aldol silang yang melibatkan penggunaan senyawa aldehida aromatis dan senyawa alkil keton atau aril keton sebagai reaktannya dikenal sebagai reaksi Claisen-Schmidt. Reaksi ini terdiri atas dua atau lebih tahapan sintesis (Rafiee dan Rahim, 2013) dan melibatkan ion enolat dari senyawa keton yang bertindak sebagai nukleofil untuk menyerang karbon karbonil senyawa aldehida aromatis menghasilkan senyawa  $\beta$ -hidroksi keton, yang selanjutnya mengalami dehidrasi menghasilkan senyawa  $\alpha,\beta$ -keton tak jenuh (Budimarwanti dan Handayani, 2010). Reaksi Claisen-Schmidt antara alkil keton dengan aldehida aromatis dilakukan dengan adanya natrium hidroksida berair (Asiri, dkk., 2014).

Sintesis senyawa melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt lebih efektif menggunakan katalis basa daripada katalis asam (Budimarwanti dan Handayani, 2010) dan dapat dilakukan dengan beberapa teknik. Azizah (2015) telah melakukan sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin (0,0246 mol) dan asetofenon (0,0164 mol) dalam suasana basa NaOH 60% dengan pelarut etanol 96%, menggunakan teknik refluks pada temperatur 70 °C selama 1,5 jam. Hasil yang diperoleh adalah padatan senyawa target dengan rendemen sebesar 76,56%. Asiri, dkk., (2014) melakukan sintesis senyawa 3,3-(1,4-fenilen)bis[1-(2,5-dimetil-3-tienil)prop-2-en-1-on] melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara 3-asetil-2,5-dimetiltiofen (0,029 mol) dan tereptalaldehida (0,014 mol) dalam suasana basa

NaOH dengan pelarut etanol 95%, menggunakan teknik radiasi ultrasonik pada temperatur 30-35 °C selama 5 menit. Hasil sintesis berupa padatan senyawa target berwarna kuning tua dengan rendemen sebesar 75%. Penelitian Handayani, dkk., (2013) memberikan hasil bahwa sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin (0,01 mol) dan aseton (0,005 mol) dengan penambahan basa NaOH berair, disertai pengadukan selama 3 jam pada kondisi di bawah temperatur ruang. Hasil yang diperoleh berupa padatan berwarna coklat senyawa target dengan rendemen sebesar 9,50%. Rahman, dkk., (2012) telah melakukan sintesis senyawa 1,5-difenilpenta-1,4-dien-3-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton (10 mmol) dan benzaldehida (> 30 mmol) dalam suasana basa NaOH 20 mol%, menggunakan teknik penggerusan selama 5 menit. Hasil sintesis berupa padatan senyawa target berwarna kuning dengan rendemen sebesar 98%. Penelitian oleh ZiXing, dkk., (2010) memberikan rendemen senyawa 2,6-bis(4-metilfenilmetilen)sikloheksanon sebesar 80%, yang diperoleh dengan mereaksikan *p*-metilbenzaldehida (8,3 mmol) dan sikloheksanon (9,2 mmol) melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt, dengan penambahan NaOH (8,5 mmol) dan K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (4,2 mmol) menggunakan teknik penggerusan selama 20-30 menit.

Saat ini, kegiatan sintesis senyawa organik telah dikembangkan ke arah *green chemistry* yang lebih ramah lingkungan (Rateb dan Zohdi, 2012). Rancangan sintesis bebas pelarut organik telah mendapat perhatian dalam beberapa tahun terakhir (Dev dan Dhaneshwar, 2013). Sintesis suatu senyawa yang sesuai dengan prinsip *green chemistry* dinamakan *green synthesis*. Salah satu metode yang digunakan adalah *grinding* (penggerusan). Teknik penggerusan efektif digunakan

dalam sintesis senyawa karena waktu reaksi yang relatif singkat (2-30 menit), rendemen yang baik, lebih ramah lingkungan karena mengurangi penggunaan pelarut dalam pencampuran (Susanti, dkk., 2014), tidak bersifat toksik sehingga aman, meminimalisir terbentuknya limbah (Himaja, dkk., 2011) dan mudah dilakukan yaitu dengan cara menumbuk reaktan di dalam mortar (Fitriyani, 2015). Gambar 1.1 menunjukkan retrosintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dari vanilin dan aseton menggunakan katalis basa.



Gambar 1.1 Retrosintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on

Penelitian ini dilakukan untuk sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan mereaksikan senyawa aseton (2 mmol) dan vanilin (6 mmol) dalam suasana basa melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan teknik penggerusan selama 15 menit. Selain itu juga dilakukan variasi mol NaOH yaitu 4, 8, 12 dan 16 mmol.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang, dapat diperoleh rumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana hasil uji kualitatif terhadap produk sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on?

2. Bagaimana karakterisasi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan KLT dan spektrofotometer FTIR?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, maka diketahui bahwa tujuan penelitian adalah:

1. Mengetahui hasil uji kualitatif terhadap produk sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on.
2. Mengetahui karakterisasi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan KLT dan spektrofotometer FTIR.

### 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain:

1. Sintesis senyawa target dilakukan menggunakan teknik penggerusan pada temperatur ruang (29-30 °C).
2. Katalis yang digunakan adalah katalis basa NaOH dalam bentuk padatan dengan variasi mol 4, 8, 12 dan 16 mmol.
3. Penentuan titik leleh senyawa produk menggunakan *Melting Point Apparatus* (MPA). Identifikasi senyawa produk menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*).
4. Karakterisasi senyawa produk menggunakan KG-SM (Kromatografi Gas – Spektrometer Massa) hanya dilakukan pada senyawa hasil sintesis terbaik.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menambah pengetahuan tentang perkembangan metode sintesis senyawa di bidang kimia organik yang berfokus pada penelitian ramah lingkungan yaitu teknik penggerusan.

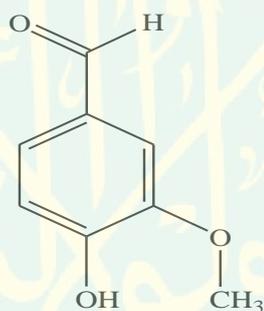


## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Vanilin (4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida)

Vanilin adalah senyawa organik dengan rumus molekul  $C_8H_8O_3$ , memberikan aroma khas pada buah Vanila (Syamala, 2007), berbentuk kristal berwarna putih atau putih kekuningan yang banyak digunakan sebagai pemberi aroma pada makanan (Sastrapradja, 1978). Struktur senyawa vanilin tersaji dalam Gambar 2.1.



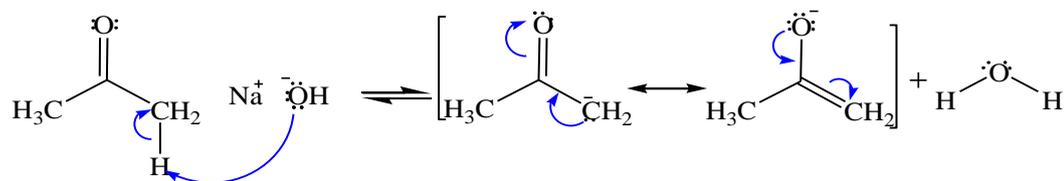
Gambar 2.1 Struktur Vanilin (Handayani, dkk., 2011)

Cincin aromatis merupakan gugus hidrofobik yang dimiliki oleh vanilin. Selain itu, vanilin mempunyai gugus-gugus hidrofilik meliputi gugus hidroksil (-OH), metoksi (-OCH<sub>3</sub>) dan aldehida (-CHO). Gugus aldehida pada senyawa vanilin paling mudah bereaksi karena ikatan C=O pada gugus aldehida mempunyai kemampuan untuk menarik elektron yang cukup tinggi (Kumar, dkk., 2012) sehingga elektron-elektron akan tertarik ke oksigen membentuk dipol negatif ( $\delta^-O$ ) dan dipol positif ( $\delta^+C$ ). Hal ini mengakibatkan gugus aldehida dapat diserang oleh suatu nukleofil maupun elektrofil (Fessenden dan Fessenden, 1982). Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt merupakan jalur yang umumnya ditempuh untuk

membentuk ikatan C=C yaitu dengan mereaksikan gugus aldehida dengan gugus keton (Madiyono, 2002), (Handayani, dkk., 2011), (Ambo, 2012), (Azizah, 2015), (Ilhamy, 2015). Salah satu bukti kereaktifan gugus aldehida adalah modifikasi struktur senyawa vanilin menjadi 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on dan 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on (Handayani, dkk., 2013).

## 2.2 Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt

Asam Lewis merupakan atom-atom elektrofilik dan akan bereaksi dengan basa Lewis yang merupakan atom-atom nukleofilik (Sastrohamidjojo, 2009). Akibat serangan reaksi nukleofilik terhadap elektrofilik (C=O), terjadi rehibridisasi karbon (gugus karbonil) dari  $sp^2$  ke  $sp^3$  dan membentuk suatu intermediet ion alkoksida yang tetrahedral (Riswiyanto, 2009).  $H_{\alpha}$  bersifat lebih asam daripada hidrogen dari ikatan C-H biasa karena karbon karbonil membawa muatan positif parsial dan anion yang dihasilkan terstabilkan oleh resonansi sehingga meningkatkan keasamannya. Anion ini dinamakan anion enolat dan bertindak sebagai nukleofilik yang mengadisi gugus karbonil dari molekul aldehida atau keton lain membentuk ikatan karbon-karbon (Hart, 2003). Reaksi pembentukan ion enolat sebagaimana tersaji pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Reaksi pembentukan ion enolat dari aseton (Pranowo, dkk., 2010)

Kondensasi aldol adalah suatu reaksi penggabungan dua molekul kecil membentuk satu molekul besar yang terjadi antara ion enolat dengan senyawa karbonil (Wade, 2006). Reaksi ini berhenti pada saat pembentukan  $\beta$ -hidroksikarbonil yang kemudian mengalami dehidrasi menghasilkan sebuah enon terkonjugasi (Silverstein, 2005). Reaksi kondensasi aldol dapat terjadi antara dua senyawa karbonil sejenis, aldehida-aldehida atau keton-keton dan dapat terjadi antara dua senyawa karbonil yang berbeda, aldehida-keton (Miller dan Solomon, 1999).

Keberadaan katalis dalam reaksi kondensasi Claisen-Schmidt memegang peranan penting. Konsentrasi katalis yang tepat menyebabkan reaksi kondensasi Claisen-Schmidt berjalan dengan baik sehingga produk yang dihasilkan juga semakin banyak (Pranowo, dkk., 2010). Penelitian Budimarwanti dan Handayani (2010) menunjukkan bahwa sintesis senyawa 2-hidroksikalkon dari asetofenon dan 2-hidroksibenzaldehida (1:1) dengan menggunakan katalis asam (HCl dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan katalis basa (NaOH) disertai pengadukan selama 5 jam. Sintesis senyawa target menggunakan katalis basa lebih efektif dibandingkan katalis asam, yaitu menghasilkan padatan senyawa target berwarna orange dengan titik leleh sebesar 148 °C dan rendemen sebesar 31,22% sedangkan dengan katalis asam tidak diperoleh kristal senyawa target. Hal ini dimungkinkan terjadi karena kondensasi aldol dengan katalis asam mengikuti mekanisme enol dengan menghasilkan tautomerisasi keto-enol. Peran enol dalam mekanisme reaksi adalah sebagai nukleofil yang akan menyerang atom C gugus karbonil molekul benzaldehida yang telah terprotonasi. Namun, bentuk keto lebih disukai karena bersifat lebih stabil dibandingkan bentuk enol sehingga reaksi selanjutnya tidak dapat terjadi.

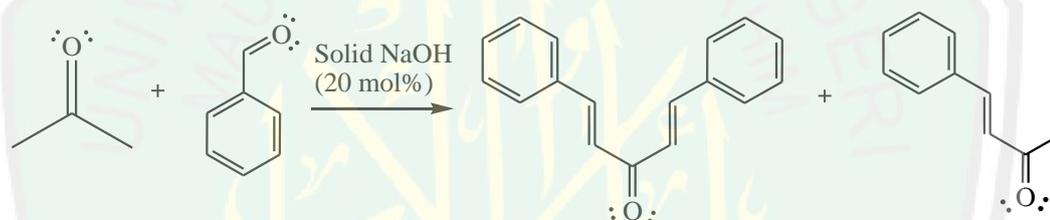
Fitriyani (2015) memberikan hasil bahwa sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan mereaksikan asetofenon dan vanilin, menggunakan variasi katalis NaOH dan KOH serta variasi konsentrasi sebesar 40, 50, 60, 70 dan 80% (b/b) melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt teknik penggerusan selama 1,5 jam. Hasil yang diperoleh yaitu padatan senyawa target berwarna kuning dengan titik leleh 182-184 °C dan rendemen terbesar diperoleh pada penggunaan katalis NaOH 60% yaitu sebesar 78,9%. Rahman, dkk., (2012) telah melakukan sintesis senyawa 2,6-bis-(benzilidene)sikloheksanon dengan teknik penggerusan selama 5 menit. Sintesis senyawa target lebih efektif menggunakan katalis basa NaOH dibandingkan katalis basa KOH yaitu diperolehnya padatan senyawa target berwarna kuning dengan titik leleh sebesar 119 °C dan rendemen masing-masing sebesar 98% dan 85%. Senyawa target diperoleh dari reaksi antara sikloheksanon (10 mmol) dan benzaldehida (20 mmol) dengan penggunaan katalis yang berbeda yaitu NaOH (20 mol%) dan KOH (20 mol%) pada temperatur ruang.

Selain variasi jenis katalis, dalam sintesis senyawa 2,6-bis-(benzilidene)sikloheksanon, Rahman, dkk., 2012 juga menggunakan variasi mol NaOH yaitu 1, 10, 20, 40, 80 dan 100 mol% terhadap mol benzaldehida. Hasil yang diperoleh tertera dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Variasi mol NaOH

No.	NaOH (mol%)	Waktu (menit)	Hasil (%)
1.	100	5	99
2.	80	5	99
3.	40	5	98
4.	20	5	98
5.	10	5	95
6.	1	5	70

Berdasarkan Tabel 2.1 diketahui bahwa mereaksikan reaktan selama 5 menit menggunakan teknik penggerusan dengan variasi mol katalis memberikan rendemen senyawa target yang berbeda-beda yaitu antara 70-99%. NaOH 1 mol% memberikan rendemen terkecil yaitu 70% sedangkan NaOH 10 mol% memberikan rendemen sebesar 95%. Penggunaan NaOH 20 dan 40 mol% memberikan rendemen yang sama yaitu 98% sedangkan NaOH 80 dan 100 mol% memberikan rendemen sebesar 99%. Penelitian lain yang dilakukan oleh Rahman, dkk., (2012) adalah mereaksikan aseton dan benzaldehida sebagaimana Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton dan benzaldehida (Rahman, dkk., 2012)

Sintesis dilakukan pada temperatur ruang dengan teknik penggerusan selama 5 menit dalam suasana basa NaOH (20 mol%) menggunakan variasi mol reaktan sebagaimana tercantum dalam Tabel 2.2.

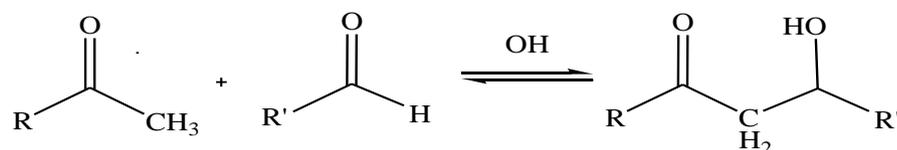
Tabel 2.2 Hasil dan variasi mol reaktan

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

Berdasarkan Tabel 2.2 diketahui bahwa reaksi antara aseton dan benzaldehida dapat menghasilkan 2 produk yaitu 1,5-difenilpenta-1,4-dien-3-on (a) dan senyawa 4-

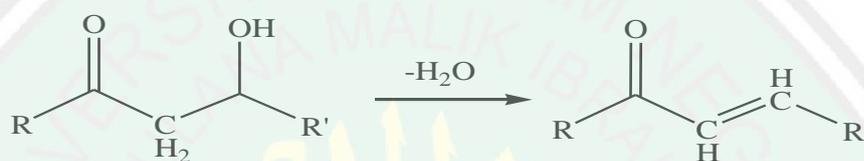
fenilbut-3-en-2-on (**b**). Perbandingan 1:2 antara aseton dan benzaldehida akan menghasilkan produk campuran senyawa **a** dengan rendemen 53% dan senyawa **b** sebesar 42%. Perbandingan 5:1 antara aseton dan benzaldehida menghasilkan produk mayor senyawa **b** dengan rendemen sebesar 96% dan sedikit senyawa **a**. Sedangkan pada perbandingan 1:3 antara aseton dan benzaldehida menghasilkan produk tunggal senyawa **a** dengan rendemen sebesar 98%. Sehingga, kondisi optimum untuk mendapatkan produk tunggal adalah dengan mereaksikan aseton dan benzaldehida perbandingan 1:3 dalam suasana basa NaOH (20 mol%) pada suhu ruang selama 5 menit menggunakan teknik penggerusan. Senyawa **a** berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh sebesar 109-111 °C sedangkan senyawa **b** mempunyai titik leleh sebesar 39-42 °C.

Secara umum terdapat dua tahap mekanisme reaksi kondensasi Claisen-Schmidt, yaitu tahap adisi dan dehidrasi. Anion enolat bertindak sebagai nukleofil sedangkan aldehida atau keton bertindak sebagai elektrofil. Adisi nukleofilik pada reaksi kondensasi Claisen-Schmidt bertujuan untuk membentuk ion alkoksida yang kemudian merebut sebuah proton dari dalam air untuk menghasilkan produk aldol (Fessenden dan Fessenden, 1982). Tahap adisi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt tersaji pada Gambar 2.4.



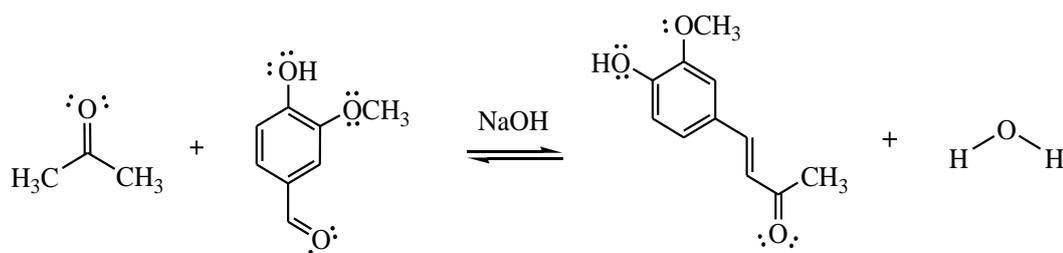
Gambar 2.4 Tahap adisi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt (Budimarwanti dan Handayani, 2010)

Sedangkan dehidrasi pada kondensasi Claisen-Schmidt terjadi melalui reaksi eliminasi (Grossman, 2002). Dehidrasi ini terjadi sebagai akibat dari katalis basa yang digunakan (Sykes, 1989). Bila dehidrasi menghasilkan suatu ikatan rangkap yang berkonjugasi dengan suatu cincin aromatis, seringkali dehidrasi itu berlangsung secara spontan (Fessenden dan Fessenden, 1982) sebagaimana reaksi pada Gambar 2.5.

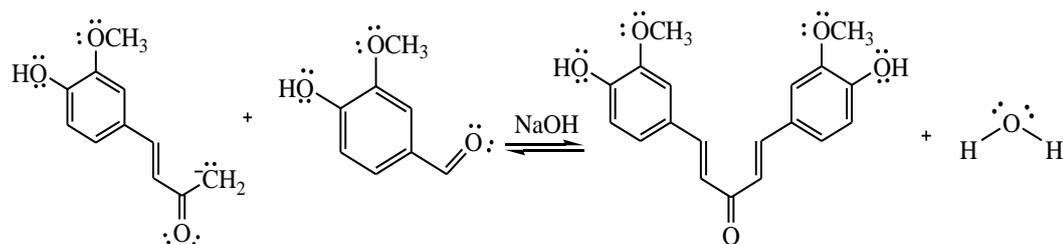


Gambar 2.5 Tahap dehidrasi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt (Budimarwanti dan Handayani, 2010)

Senyawa target dalam penelitian ini adalah 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on yang diperoleh dari *double* reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton dan vanilin. Perkiraan tahapan reaksinya yaitu reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pertama akan menghasilkan senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)but-3-en-2-on sebagaimana reaksi pada Gambar 2.6. Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt kedua akan menghasilkan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on sebagaimana reaksi yang tersaji pada Gambar 2.7.



Gambar 2.6 Tahap pertama reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pembentukan senyawa target (Handayani, dkk., 2013)



Gambar 2.7 Tahap kedua reaksi kondensasi Claisen-Schmidt pembentukan senyawa target (Handayani, dkk., 2013)

Langkah pertama dari tahap adisi adalah mekanisme pembentukan ion enolat senyawa aseton oleh suatu katalis basa. NaOH sebagai katalis akan menyerang  $H_{\alpha}$  pada aseton membentuk anion enolat. Namun, keberadaan gugus hidroksil (-OH) pada senyawa vanilin yang memiliki tingkat keasaman lebih tinggi dibandingkan aseton akan mempengaruhi orientasi penyerangan katalis basa NaOH sehingga pada tahap ini terbentuknya senyawa garam fenoksida sangat mungkin terjadi. Anion enolat berperan sebagai nukleofil untuk menyerang  $C=O$  karbonil pada gugus aldehida senyawa vanilin membentuk ikatan baru C-C. Hal ini terjadi karena adanya muatan parsial positif atom karbon gugus karbonil pada vanilin akibat induksi elektronegatif atom oksigen sehingga memudahkan karbon anion enolat untuk menyerang dan membentuk ion alkoksida. Selanjutnya terjadi penetralan anion alkoksida dengan adanya  $H_2O$  sekaligus melepaskan kembali katalis basa dan tahap adisi selesai. Tahap terakhir yaitu dehidrasi secara spontan membentuk ikatan rangkap baru  $C=C$  yang berkonjugasi dengan cincin aromatis. Penambahan air akan melarutkan kristal senyawa garam fenoksida, pada kondisi asam yaitu dengan penambahan HCl akan membantu pembentukan kristal senyawa target melalui reaksi penetralan senyawa garam fenoksida sehingga diperoleh kristal senyawa produk berwarna kuning (Pranowo, dkk., 2010), (Azizah, 2015).

Ketika senyawa aldehida dan keton direaksikan dengan penambahan NaOH akan segera berubah menjadi kuning yang menunjukkan pembentukan enolat. Setelah penggerusan secara lembut, viskositas meningkat dengan cepat dan membentuk padat setelah 2-7 menit (Dev dan Dhaneshwar, 2013). Reaksi dalam kondisi bebas pelarut membawa reaktan dalam jarak yang cukup dekat untuk bereaksi, sehingga konsentrasi yang lebih tinggi dari sisi aktif reaksi akan mempercepat reaksi dan meningkatkan efisiensi (Gao 2014). Reaksi organik lebih efektif dan lebih selektif terjadi dalam wujud padatan daripada dalam wujud larutan. Mekanisme reaksi yang terjadi baik dalam wujud padatan maupun larutan adalah sama (Tanaka dan Toda, 2002).

### 2.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLT

Data yang diperoleh dari KLT adalah nilai  $R_f$  (*Retardation factor*) yaitu perbandingan antara jarak tempuh sampel dan jarak tempuh eluen (Gandjar dan Rohman, 2007). KLT digunakan untuk memonitoring terbentuknya senyawa produk. Noda yang mempunyai nilai  $R_f$  sama dengan reaktan diasumsikan sebagai sisa reaktan, sedangkan noda yang nilai  $R_f$ -nya berbeda dengan reaktan diduga sebagai senyawa produk (Ilhamy, 2015). Handayani (2010) mengidentifikasi senyawa 1,5-bis(3-hidroksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan KLT dengan campuran eluen metanol : kloroform (1 : 9) memberikan nilai  $R_f$  0,34 . Sedangkan Budimarwanti dan Handayani (2010) mengidentifikasi senyawa produk 3-(2-hidroksifenil)-1-fenilprop-2-en-1-on menggunakan KLT dengan campuran eluen etil asetat : heksana (1 : 4) memberikan nilai  $R_f$  0,34. Azizah (2015)

mengidentifikasi senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid menggunakan KLT dengan eluen kloroform memberikan nilai  $R_f$  sebesar 0,4375.

#### 2.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi suatu senyawa berdasarkan serapannya terhadap radiasi elektromagnetik pada daerah infra merah (Ilhamy, 2015) yang berkisar pada bilangan gelombang  $12800-10\text{ cm}^{-1}$  atau panjang gelombang  $0,78-1000\ \mu\text{m}$  (Khopkar, 1990).

Umumnya, -C-H senyawa alkana tampak pada kisaran bilangan gelombang  $2975-2865\text{ cm}^{-1}$  dengan serapan sedang hingga tajam. Sedangkan serapan =C-H senyawa alkena berada pada bilangan gelombang  $3080-3010\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas sedang. Serapan -C=C- berada pada bilangan gelombang  $1660-1580\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas serapan yang tajam. Khusus senyawa aromatis, gugus -C=C- memiliki serapan pada bilangan gelombang  $1600\text{ cm}^{-1}$  dan  $1475\text{ cm}^{-1}$ , *out of plane* pada bilangan gelombang  $940-920\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas lemah dan *overtone* pada daerah  $2000-1660\text{ cm}^{-1}$ . Gugus -O-H senyawa fenol memberikan serapan khas yang melebar pada daerah  $3250-3000\text{ cm}^{-1}$  serta serapan C-O-H pada daerah  $1260-1180\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan gugus eter (-C-O-C) mempunyai serapan pada daerah  $1150-1060\text{ cm}^{-1}$  serta *out of plane* pada daerah  $765-750\text{ cm}^{-1}$ . Gugus karbonil (C=O) dari senyawa  $\alpha,\beta$ -keton tak jenuh memberikan serapan pada daerah  $1700-1660\text{ cm}^{-1}$  (Socrates, 1994).

Perbedaan gugus fungsi senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid dengan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on adalah hilangnya

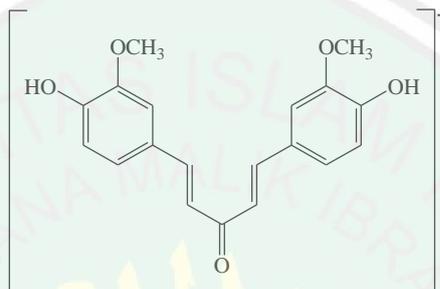
gugus aldehida pada senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida dan digantikan dengan gugus  $-C=C-$  pada senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on. Menurut Socrates (1994) gugus aldehida senyawa aromatis mempunyai serapan pada daerah  $1715-1685\text{ cm}^{-1}$  dan serapan khas  $-C-H$  pada daerah  $2830-2810\text{ cm}^{-1}$  dan  $2745-2650\text{ cm}^{-1}$ .

Karakterisasi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya serapan tajam pada  $3363,86\text{ cm}^{-1}$  dari gugus  $-O-H$ . Serapan lemah pada  $3066,11\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya  $C-H$  dari gugus aromatis. Gugus karbonil ditunjukkan serapan pada  $1643,35\text{ cm}^{-1}$  sedangkan ikatan  $C=C$  muncul pada  $1589,34$ ;  $1442,75$  dan  $1350\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan  $C-O$  eter muncul pada beberapa bilangan gelombang, antara lain  $1226,73$ ;  $1095,57$  dan  $1018,41\text{ cm}^{-1}$  (Handayani dkk., 2013).

## 2.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM

Instrumen KG-SM digunakan sebagai pendukung karakterisasi struktur senyawa hasil sintesis. Banyaknya puncak yang muncul pada kromatogram menunjukkan banyaknya senyawa yang terkandung dalam sampel. Karakterisasi senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida menggunakan KG-SM dengan jenis kolom AGILENTJ%W DB-1 mempunyai nilai  $R_t$  sebesar 10,058 menit (Azizah, 2015). Sedangkan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on mempunyai sifat kepolaran yang lebih non polar dibandingkan dengan senyawa 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida sehingga diduga senyawa target akan mempunyai nilai  $R_t$  yang lebih besar. Karakterisasi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan spektrometer massa *direct inlet*

dilakukan untuk mengetahui massa molekul senyawa. Berdasarkan data spektra massa, senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on memiliki massa molekul ( $m/z$ ) 326 (Handayani dkk., 2013) sebagaimana yang tersaji pada Gambar 2.8 yang merupakan ion molekuler senyawa target.



Gambar 2.8 Ion molekuler senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on (Handayani, dkk., 2013)

## 2.6 Pemanfaatan Senyawa Hasil Sintesis dalam Perspektif Islam

Al Quran menjadi pedoman bagi manusia untuk mencari jawaban atas penciptaan langit dan bumi dengan menggunakan akal pikirannya. Upaya manusia untuk mencari jawaban yang dimaksud merupakan awal mula timbulnya penelitian terhadap alam sekitar agar mengetahui berbagai potensi dan manfaat penciptaan alam semesta. Melalui kegiatan berfikir, manusia hendaknya merenungkan dan menganalisa semua yang ada di alam ini sehingga akan tercipta ilmu pengetahuan disertai rasa kebesaran Allah Swt sebagaimana dalam surat An Nahl (16): 78.

وَاللَّهُ أَخْرَجَكُمْ مِنْ بُطُونِ أُمَّهَاتِكُمْ لَا تَعْلَمُونَ شَيْئاً وَجَعَلَ لَكُمُ السَّمْعَ وَالْأَبْصَارَ وَالْأَفْئِدَةَ  
لَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ ﴿٧٨﴾

“Dan Allah mengeluarkan kamu dari perut ibumu dalam keadaan tidak mengetahui sesuatupun, dan Dia memberi kamu pendengaran, penglihatan dan hati, agar kamu bersyukur.”

Q.S An Nahl ayat 78 menjelaskan bahwa manusia dilahirkan tanpa ilmu atau tidak mengetahui sesuatupun, diberiNya pendengaran agar memperoleh ilmu dengan pengabaran, diberiNya penglihatan agar memperoleh ilmu dengan melihat kenyataan dan diberiNya akal agar memperoleh ilmu dengan proses memahami. Tujuan perintah mencari ilmu tidak lain adalah untuk meningkatkan keimanan dan ketaqwaan kepadaNya serta bersyukur atas segala karuniaNya (Shihab, 2002).

Kegiatan penelitian menjadi salah satu cara untuk mendapatkan ilmu pengetahuan yang baru. Sebagaimana ilmu pengetahuan yang diperoleh dari penelitian Handayani, dkk., (2013) bahwa modifikasi terhadap struktur vanilin menjadi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dapat meningkatkan aktivitas biologisnya sebagai senyawa antikanker. Senyawa target memiliki nilai IC<sub>50</sub> lebih rendah dari senyawa vanilin sehingga memungkinkan untuk diaplikasikan sebagai obat.

Pemanfaatan senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on sebagai obat merupakan salah satu alat penyembuhan. Petunjuk untuk menggunakan obat yang sesuai telah dianjurkan oleh Rasulullah SAW, sebagaimana sabdanya:

عَنْ جَابِرٍ عَنِ رَسُولِ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ أَنَّهُ قَالَ لِكُلِّ دَاءٍ دَوَاءٌ فَإِذَا أُصِيبَ دَوَاءُ الدَّاءِ بَرَأَ بِإِذْنِ اللَّهِ عَزَّ وَجَلَّ (رَوَاهُ مُسْلِمٌ)

*Dari Jabir dari Rasulullah Saw, beliau bersabda: “Setiap penyakit ada obatnya. Apabila ditemukan obat yang tepat untuk suatu penyakit, maka akan sembuhlah penyakit itu dengan izin Allah Azza Wa Jalla” (HR. Muslim no. 4084).*

Hadits di atas menjelaskan bahwa setiap penyakit pasti ada obatnya. Tugas manusia adalah mencari obat yang sesuai untuk penyakit tersebut. Apabila telah

ditemukan obat yang sesuai untuk suatu penyakit, maka orang yang menderita penyakit tersebut akan sembuh atas izin Allah Swt. Hal ini ditegaskan kembali dalam firman Allah Swt surat Asy Syu'ara (26): 80.

وَإِذَا مَرِضْتُ فَهُوَ يَشْفِينِ ﴿٨٠﴾

*“Dan apabila aku sakit, Dialah yang menyembuhkan aku”.*

Surat Asy Syu'ara ayat 80 tersebut menunjukkan bahwa betapa adilnya Allah Swt yang memberikan suatu penyakit beserta penawarnya (obat). Pengetahuan yang akan menuntun manusia untuk menemukan obat-obatan yang telah tersedia di alam. Ayat di atas menjelaskan bahwa semuanya diciptakan oleh Allah Swt dengan ukuran sesuai dengan ketentuan-Nya, dan disertai dengan hikmah yaitu memberikan manfaat bagi kehidupan manusia. Selain itu, ayat tersebut menjelaskan bahwa sebagai seorang muslim dalam mencari kesembuhan dari suatu penyakit melalui pengobatan harus didasarkan kepada aqidah yang besar yakni meyakini bahwa penyembuhan hanya dari Allah sedangkan obat hanya sebagai perantara (Muhadi dan Muadzin, 2010).

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian**

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

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **3.2.1 Alat Penelitian**

Alat penelitian yang digunakan pada penelitian ini meliputi batang pengaduk, *beaker glass* 100 mL, bola hisap, corong gelas, desikator, gelas arloji, gelas pengembang, labu takar 25 mL, mortar dan *pestle*, neraca analitik, pipa kapiler, pipet tetes, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 10 mL, spatula, MPA, KG-SM dan spektrofotometer FTIR.

##### **3.2.2 Bahan Penelitian**

Bahan penelitian yang digunakan pada penelitian ini meliputi akuades, aseton p.a, etil asetat p.a, HCl 2 M, KBr, kertas saring, kloroform, n-heksana p.a, plat KLT silika GF<sub>254</sub> (Merck), NaOH p.a dan vanilin p.a (Merck).

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan melalui pengujian eksperimental di laboratorium. Sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dilakukan dengan menggerus vanilin (6 mmol) dan aseton (2 mmol) selama 15 menit dalam suasana basa dengan penambahan katalis NaOH. Variasi mol NaOH yang

digunakan yaitu 4, 8, 12 dan 16 mmol. Selanjutnya dilakukan netralisasi dengan penambahan HCl 2 M serta diukur titik lelehnya. Identifikasi senyawa produk dilakukan menggunakan KLT serta dikarakterisasi menggunakan KG-SM dan spektrofotometer FTIR.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian dilakukan dalam tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan variasi mol katalis NaOH.
2. Identifikasi senyawa produk menggunakan KLT, pengamatan sifat fisik dan uji kimia terhadap senyawa produk serta karakterisasi senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM.
3. Analisis data.

### 3.5 Cara Kerja

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

Sebanyak 6 mmol (0,912 g) vanilin, 4 mmol (0,16 g) NaOH dan 2 mmol (0,15 mL) aseton digerus menggunakan mortar dan *pestle* selama 15 menit pada temperatur ruang (29-30 °C). Campuran didiamkan selama 1 jam. Padatan dilarutkan dalam 20 mL akuades sampai larut sempurna yaitu terbentuk larutan homogen. Kemudian HCl 2 M ditambahkan sampai terbentuk kristal, penambahan HCl dihentikan jika larutan menjadi kuning keruh dan didiamkan selama 24 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator serta ditimbang dengan neraca analitik hingga konstan. Perlakuan yang sama dilakukan dengan

variasi mol katalis NaOH yaitu 8, 12 dan 16 mmol. Variasi mol NaOH yang digunakan dalam sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on tercantum dalam Tabel 3.1.

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

No.	Variasi mol NaOH (mmol)	Aseton (mmol)	Vanilin (mmol)
1.	4		
2.	8		6
3.	12	2	
4.	16		

### 3.5.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA (Al-Hakimi, 2016; Suarez, 2010)

Plat KLT silika GF<sub>254</sub> ukuran 6 x 10 cm dipanaskan dalam oven pada suhu 100 °C selama 20 menit. Selanjutnya kristal hasil sintesis sebanyak 10 mg dilarutkan dalam 0,2 mL kloroform hingga larut sempurna dan ditotolkan pada plat KLT dengan jarak 1,0 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler sebanyak 2 totolan. Senyawa vanilin diberi perlakuan sama sebagai senyawa pembanding. Kemudian plat dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisikan eluen. Eluen yang digunakan adalah n-heksana : etil asetat (1 : 2) sebanyak 10 mL. Selanjutnya plat KLT diangkat dan dikeringkan, lalu disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 366 nm. Diamati dan dibandingkan noda yang terbentuk dari masing-masing totolan. Dihitung nilai R<sub>f</sub> menggunakan persamaan 3.1.

$$\text{Nilai } R_f = \frac{\text{jarak yang ditempuh senyawa}}{\text{jarak yang ditempuh eluen}} \dots\dots\dots(3.1)$$

### 3.5.3 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk

#### 3.5.3.1 Pengamatan Sifat Fisik

Kristal hasil sintesis yang telah kering diamati sifat fisiknya meliputi massa, warna dan wujud produk. Titik leleh senyawa diamati dengan *Melting Point Apparatus*. Selain itu, dilakukan pula pengamatan kelarutan senyawa produk pada pelarut air, etanol serta kloroform. Senyawa vanilin diberi perlakuan sama sebagai senyawa pembanding. Hasil pengamatan dicatat.

#### 3.5.3.2 Uji Kimia (Sastrohamidjojo, 2004)

Kristal hasil sintesis dilakukan uji kimia yaitu secuplik kristal senyawa produk dilarutkan dalam etanol sebanyak 1 mL kemudian ditambahkan NaOH 2 M sebanyak 1 mL. Hasil positif adanya senyawa target yaitu dihasilkan larutan berwarna merah.

#### 3.5.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR (Azizah, 2015 termodifikasi)

Identifikasi gugus fungsi senyawa hasil sintesis dilakukan dengan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Kristal senyawa target sebanyak 2 mg dicampurkan dengan KBr (100 mg) lalu digerus dalam *mortar agate*. Selanjutnya campuran dipress dan dibentuk pelet, lalu pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil spektra IR senyawa target dibandingkan dengan spektra IR vanilin.

#### 3.5.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM (Azizah, 2015 termodifikasi)

Sebanyak 30 mg senyawa produk dilarutkan dalam 1 mL kloroform. Kemudian 1  $\mu\text{L}$  larutan senyawa diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam instrumen KG-SM VARIAN CP 3800-SATURN 2200 dengan kondisi operasional:

Jenis kolom	: Agilent J&W VF-5ms
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor KG	: CP 3800
Detektor SM	: Saturn 2200
Oven	: Temperatur terprogram (80 °C selama 5 menit; 80 °C → 270 °C selama 38 menit dengan kenaikan 5 °C/menit; 270 °C dengan 30 menit)
Temperatur injektor	: 300 °C
Tekanan gas	: 16,5 kPa
Kecepatan alir gas	: 1 mL/menit
Gas pembawa	: Helium

Selanjutnya, diamati hasil kromatogram dan spektra massa senyawa target yang diperoleh.

### 3.6 Analisis Data

Data yang diperoleh meliputi titik leleh, noda dan  $R_f$ , massa, spektra FTIR, kromatogram serta spektra massa. Data hasil KLT berupa noda dan nilai  $R_f$ , hasil terbaik yaitu senyawa produk yang menghasilkan noda dengan warna noda dan nilai  $R_f$  yang berbeda dari senyawa vanilin. Hasil identifikasi gugus fungsi keempat senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR adalah sama yaitu dengan bergesernya pita serapan  $-C=O$  dari bilangan gelombang 1715-1685  $\text{cm}^{-1}$  menjadi 1643  $\text{cm}^{-1}$  serta terbentuknya pita serapan  $-C=C-$  pada bilangan gelombang 1660-1580  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil terbaik dari beberapa variasi mol katalis NaOH dikarakterisasi lebih lanjut menggunakan instrumen KG-SM. Struktur senyawa target dapat dianalisis melalui hasil kromatogram dan pola fragmentasi pada spektra massa.

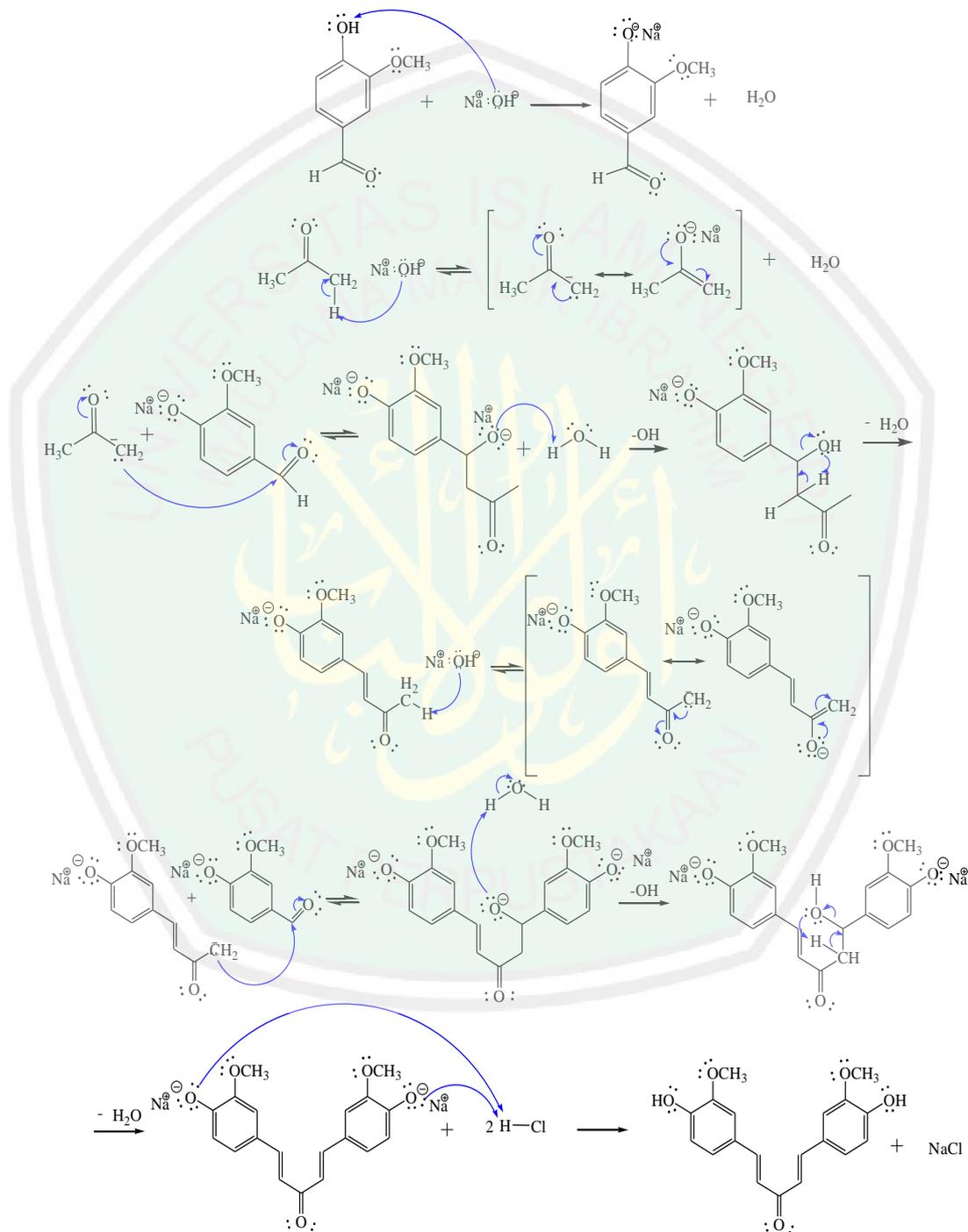
## BAB IV PEMBAHASAN

### 4.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on Melalui Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt

Sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dilakukan melalui penggerusan vanilin dan aseton dalam perbandingan 3:1 untuk menghasilkan produk tunggal senyawa target (Rahman, dkk., 2012). Reaksi sintesis berlangsung pada temperatur ruang (29-30 °C) untuk menghemat energi serta merupakan penerapan salah satu prinsip *green chemistry*. Penggerusan dilakukan selama 15 menit untuk memperbesar luas permukaan reaktan serta memberi waktu yang cukup bagi reaktan untuk memaksimalkan kontak antar partikel. Variasi mol NaOH yang digunakan yaitu 4, 8, 12 dan 16 mmol, yang selanjutnya secara berurutan disebut variasi 1, 2, 3 dan 4. NaOH berfungsi sebagai katalis yang berperan dalam mengikat H $\alpha$  pada aseton sehingga terbentuk ion enolat. Konsentrasi katalis yang tepat menyebabkan reaksi kondensasi Claisen-Schmidt berjalan dengan baik sehingga produk yang dihasilkan juga semakin banyak (Pranowo, dkk., 2010).

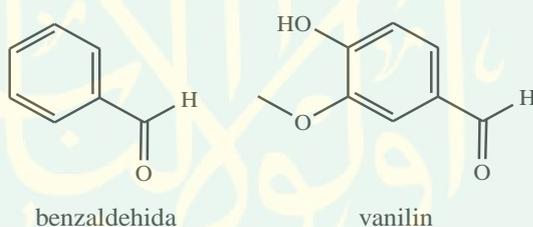
Setelah proses penggerusan selama 15 menit, terjadi perubahan warna dari putih menjadi merah. Namun, padatan merah hanya dihasilkan pada produk variasi 2, 3 dan 4 sedangkan produk variasi 1 dihasilkan padatan berwarna putih kekuningan (Lampiran 4). Warna merah yang dihasilkan merupakan senyawa garam yang terbentuk akibat dari terjadinya perpanjangan rantai konjugasi melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara satu mol aseton dan dua mol vanilin. Garam hasil sintesis selanjutnya dilarutkan dalam aquades menghasilkan larutan berwarna merah. Penambahan HCl 2 M diperlukan untuk mendapatkan senyawa

target melalui reaksi netralisasi garam dari senyawa target. Setelah penambahan HCl 2 M diperoleh kristal senyawa produk.



Gambar 4.1 Reaksi kondensasi satu mol aseton dengan dua mol vanilin (Sastrohamidjojo, 2004)

Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on pada penelitian ini diduga telah terbentuk namun dengan kadar yang relatif rendah. Hasil yang diperoleh ini berbeda dengan hasil penelitian oleh ZiXing, dkk., (2010) dan Rahman, dkk., (2012), yang dapat mereaksikan benzaldehida dengan senyawa aseton menggunakan teknik penggerusan menghasilkan senyawa 1,5-difenil-penta-1,4-dien-3-on dengan rendemen masing-masing sebesar 86% dan 98%. Hal ini disebabkan oleh perbedaan struktur antara benzaldehida dan vanilin. Reaksi kondensasi aldol dipengaruhi oleh substituen pada senyawa turunan benzaldehida. Keberadaan gugus-gugus penyumbang elektron dalam sistem aromatis akan memperlambat reaksi (Sykes, 1989).

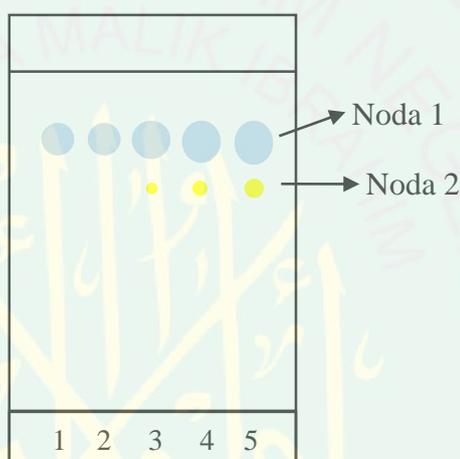


Gambar 4.2 Perbandingan struktur senyawa benzaldehida dan vanilin

Benzaldehida lebih reaktif terhadap serangan nukleofilik pada tahap adisi reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dibandingkan vanilin. Keberadaan gugus hidroksil (-OH) yang memiliki atom O dengan pasangan elektron bebas dapat menyumbangkan elektron melalui efek resonansi, sehingga kerapatan elektron atom C karbonil semakin tinggi. Terlebih lagi gugus hidroksil dalam senyawa vanilin berada pada posisi *para* terhadap gugus aldehida. Hal ini mengakibatkan atom C karbonil pada gugus aldehida menjadi kurang reaktif terhadap serangan nukleofil dan berdampak pada rendahnya produk yang dihasilkan (Pranowo, dkk., 2010).

## 4.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA

Identifikasi senyawa target dilakukan menggunakan KLTA dengan larutan pengembang campuran n-heksana : etil asetat (1 : 2) (Suarez, 2010). Hasil identifikasi senyawa reaktan dan senyawa produk hasil sintesis menggunakan KLTA disajikan dalam Gambar 4.3 sedangkan nilai  $R_f$  dari masing-masing noda tersaji dalam Tabel 4.1.



Gambar 4.3 Hasil identifikasi menggunakan KLTA

Tabel 4.1 Nilai  $R_f$  hasil identifikasi menggunakan KLTA

No.	Sampel	Warna		Nilai $R_f$
		Cahaya ruang	Lampu UV 366 nm	
1.	Vanilin	Tidak berwarna	Biru muda	0,775
2.	Variasi 1	Tidak berwarna	Biru muda	0,775
3.	Variasi 2	Tidak berwarna	Biru muda	0,775
			Kuning muda	0,631
4.	Variasi 3	Tidak berwarna	Biru muda	0,775
			Kuning muda	0,631
5.	Variasi 4	Tidak berwarna	Biru muda	0,775
			Kuning muda	0,631

Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui bahwa senyawa vanilin dan variasi 1 menghasilkan jumlah noda yang sama yaitu 1 noda sedangkan variasi 2, 3 dan 4

menghasilkan 2 noda. Noda 1 diasumsikan sebagai senyawa vanilin karena nilai  $R_f$ -nya sama dengan standar vanilin. Sedangkan noda 2 yang menjadi pembeda dengan noda yang dihasilkan oleh vanilin dapat diasumsikan sebagai senyawa target. Dengan demikian, dapat diketahui bahwa telah terbentuknya senyawa target pada variasi 2, 3 dan 4. Sedangkan pada variasi 1 tidak dihasilkan senyawa target. Hal ini diduga karena konsentrasi NaOH yang digunakan tidak mencukupi untuk menghasilkan senyawa target.

Secara teoritis, untuk menghasilkan senyawa target maka perbandingan mol reaktan yang diperlukan ketika bereaksi adalah satu mol aseton dan dua mol vanilin. Keberadaan gugus hidroksil (-OH) pada senyawa vanilin yang memiliki tingkat keasaman lebih tinggi dibandingkan aseton (Fessenden dan Fessenden, 1982) akan mengganggu peran katalis NaOH dalam membentuk anion enolat. Dengan demikian, NaOH cenderung bereaksi dengan vanilin terlebih dahulu dan kemudian bereaksi dengan aseton. Hal ini memperkuat dugaan mekanisme reaksi pada Gambar 4.1.

Penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan 2 mmol aseton dan 6 mmol vanilin sehingga total konsentrasi NaOH yang dibutuhkan untuk menghasilkan senyawa target adalah 8 mmol. Namun, pada variasi 1 digunakan 4 mmol NaOH yang selanjutnya diduga hanya bereaksi dengan 4 mmol vanilin menghasilkan garam senyawa vanilin sehingga reaksi pembentukan senyawa target tidak terjadi.

### 4.3 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk

#### 4.3.1 Pengamatan Sifat Fisik Terhadap Senyawa Produk

Parameter pengamatan sifat fisik terhadap senyawa produk meliputi wujud, warna, massa, titik leleh serta kelarutan dalam aquades, etanol dan kloroform. Hasil pengamatan fisik keempat produk serta senyawa vanilin tersaji dalam Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil pengamatan fisik vanilin dan produk hasil sintesis

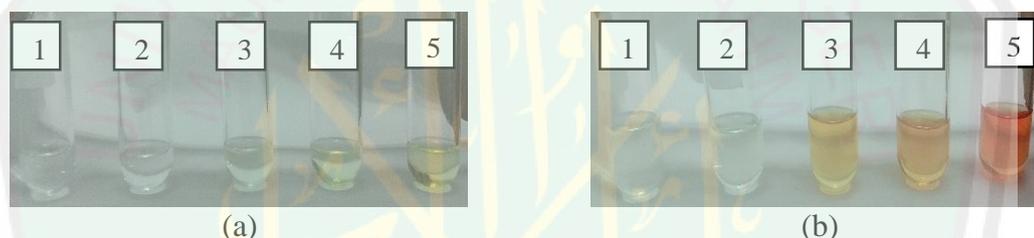
Parameter fisik	Vanilin	Variasi 1	Variasi 2	Variasi 3	Variasi 4
Wujud	Kristal	Kristal	Kristal	Kristal	Kristal
Warna	Putih	Putih	Kuning muda	Kuning	Kuning
Massa produk (gram)	-	0,6741	0,6638	0,7478	0,6914
Titik leleh (°C)	78-80	75-78	75-79	75-78	75-78
Kelarutan	Air	Larut	Larut	Tidak Larut	Tidak Larut
	Etanol	Larut	Larut	Larut	Larut
	Kloroform	Larut	Larut	Larut	Larut

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui bahwa produk yang diperoleh dari semua variasi mol NaOH adalah sama, yaitu berbentuk padatan kristal. Produk variasi 1 memiliki warna yang sama dengan senyawa vanilin dan kembali memperkuat dugaan bahwa variasi 1 merupakan senyawa yang sama dengan vanilin. Perbedaan warna kristal yang dihasilkan oleh variasi 2, 3 dan 4 mengindikasikan bahwa senyawa target telah terbentuk. Namun, titik leleh yang dihasilkan keempat senyawa produk memiliki kemiripan dan mengalami perluasan rentang temperatur sebesar 4-5 °C. Hal ini diduga karena senyawa produk memiliki kemurnian yang rendah. Senyawa vanilin dan keempat senyawa produk mudah larut dalam etanol dan kloroform namun memiliki perbedaan kelarutan dalam air. Senyawa vanilin dan variasi 1 dapat larut dalam air meskipun tidak sempurna sedangkan variasi 2, 3 dan 4 tidak larut dalam air. Hal ini diduga karena perbedaan gugus fungsi yang

dimiliki oleh vanilin dan senyawa target. Baik vanilin maupun senyawa target memiliki gugus -OH yang bersifat hidrofilik, namun pada senyawa target memiliki rantai hidrokarbon yang lebih panjang dan bersifat hidrofobik sehingga senyawa target memiliki kelarutan rendah di dalam air.

#### 4.3.2 Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk

Uji kimia terhadap senyawa produk dilakukan melalui reaksi uji basa. Hasil uji kimia terhadap vanilin dan keempat produk hasil sintesis disajikan dalam Gambar 4.4 dan Tabel 4.3.



Gambar 4.4 Hasil uji kimia (a) sebelum penambahan NaOH, (b) setelah penambahan NaOH

Tabel 4.3 Hasil uji kimia vanilin dan produk hasil sintesis

No.	Sampel	Sebelum penambahan NaOH (dalam pelarut etanol)	Setelah penambahan NaOH (dalam pelarut etanol)
1.	Vanilin	Tidak berwarna	Tidak berwarna
2.	Variasi 1	Tidak berwarna	Tidak berwarna
3.	Variasi 2	Kuning +	Kuning kemerahan *
4.	Variasi 3	Kuning ++	Kuning kemerahan **
5.	Variasi 4	Kuning +++	Kuning kemerahan ***

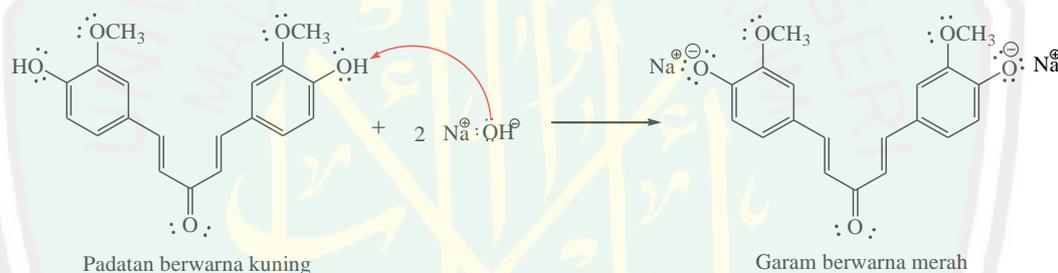
Keterangan:

+menunjukkan peningkatan intensitas warna kuning

\*menunjukkan peningkatan intensitas warna merah

Berdasarkan Gambar 4.4 terlihat bahwa uji kimia terhadap senyawa vanilin dan variasi 1 memberikan hasil yang sama yaitu tidak terjadinya perubahan warna baik sebelum dan sesudah penambahan NaOH. Hal ini menunjukkan bahwa variasi 1 memiliki kandungan senyawa yang sama dengan vanilin. Sedangkan hasil uji

kimia terhadap variasi 2, 3 dan 4 terjadi perubahan warna larutan sebelum dan sesudah penambahan NaOH. Perubahan warna larutan dari kuning menjadi merah mengindikasikan bahwa senyawa target 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on telah terbentuk pada variasi 2, 3 dan 4. Warna merah yang dihasilkan dari uji kimia sesuai dengan warna merah yang dihasilkan oleh padatan produk hasil penggerusan ketika proses sintesis. Hal ini mengindikasikan bahwa baik pada uji kimia maupun proses sintesis telah terbentuk garam senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on seperti reaksi pada Gambar 4.5.



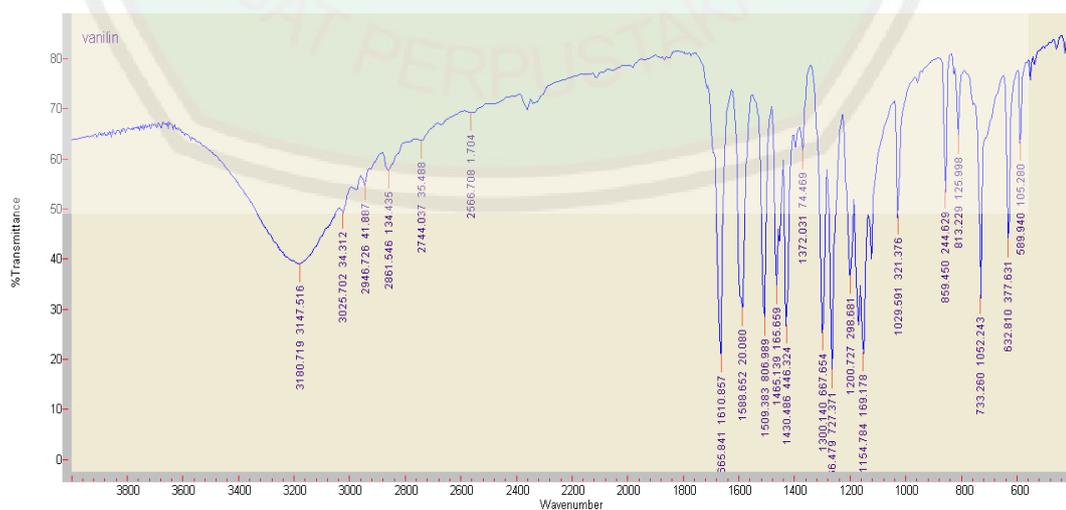
Gambar 4.5 Reaksi pembentukan garam pada 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on

Warna merah yang dihasilkan pada penggunaan NaOH 16 mmol memiliki intensitas warna yang paling kuat. Secara teori, katalis berperan dalam mempercepat reaksi sehingga semakin besar konsentrasi NaOH maka kesetimbangan cepat tercapai hingga mencapai keadaan optimum. Berat hasil akan berkurang setelah keadaan optimum karena reaksi berjalan *reversible*. Syarat agar antar molekul dapat terjadi reaksi maka harus mengalami tumbukan. Namun, pada kenyataannya tidak semua molekul yang bertumbukan menghasilkan tumbukan efektif yang dapat menghasilkan produk sehingga diterapkan penggunaan reagen berlebih. Sebagaimana penelitian oleh Ramadhan, dkk., (2015) bahwa hasil sintesis optimum antara sikloheksanon (0,015 mol) dan 2-hidroksibenzaldehida (0,03 mol)

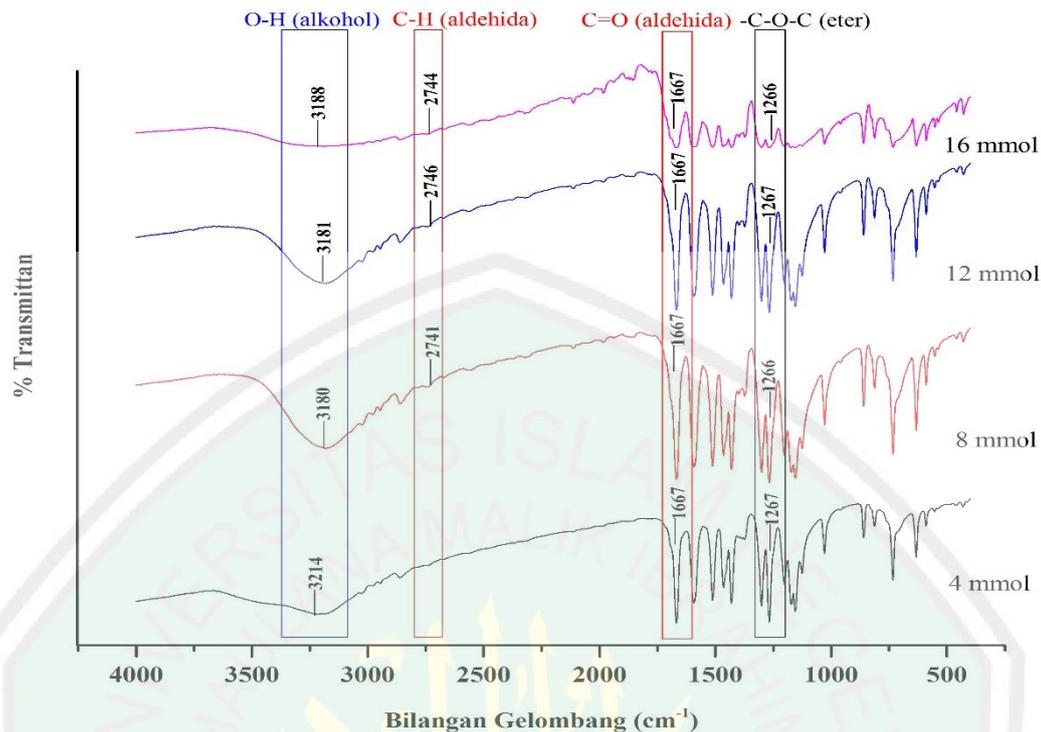
diperoleh pada penggunaan NaOH 0,2 mol dengan rendemen 25,12%. Sedangkan Pertiwi, dkk., (2015) melaporkan bahwa hasil sintesis optimum antara sikloheksanon (0,005 mol) dan 3,4-dimetoksibenzaldehida (0,01 mol) menghasilkan senyawa 2,6-bis-(3',4'-dimetoksibenzilidin)sikloheksanon diperoleh pada penggunaan NaOH 0,04 mol dengan rendemen sebesar 115,98%. Dengan demikian, semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan maka kemungkinan terjadinya tumbukan semakin tinggi dan menyebabkan produk yang terbentuk semakin banyak.

#### 4.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi baru yang muncul dari setiap senyawa hasil sintesis dan berbeda dari gugus fungsi yang dimiliki oleh senyawa reaktan. Serapan yang diharapkan muncul pada produk hasil sintesis adalah  $\text{-C=O}$  (keton);  $\text{-C=C-}$  (alkena terkonjugasi);  $\text{=C-H}$  (alkena);  $\text{-OH}$  (hidroksil);  $\text{=C-O-C}$  (eter);  $\text{-C-H}$  (alkana).



Gambar 4.6 Spektra FTIR senyawa vanillin



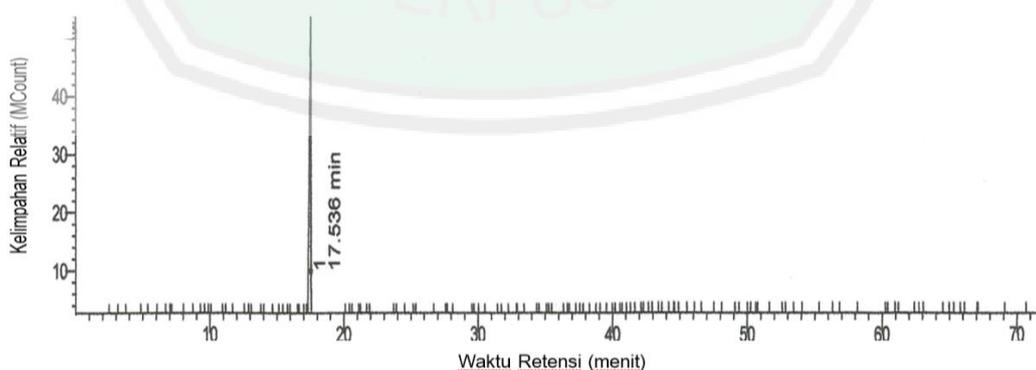
Gambar 4.7 Gabungan spektra FTIR senyawa produk variasi 1-4

Hasil karakterisasi senyawa vanilin disajikan pada Gambar 4.6. Berdasarkan Gambar 4.7 diketahui bahwa karakterisasi senyawa hasil sintesis diperoleh adanya vibrasi ulur khas hidroksil (-OH) pada bilangan gelombang 3214,65 – 3180,04  $\text{cm}^{-1}$ , vibrasi ulur  $\text{Csp}^2\text{-H}$  aromatis pada bilangan gelombang 3028,18 – 3026,28  $\text{cm}^{-1}$  dan didukung dengan adanya vibrasi ulur  $\text{-C=C-}$  aromatis pada bilangan gelombang 1591,36 – 1590,64  $\text{cm}^{-1}$  dan 1465  $\text{cm}^{-1}$ . Teramati pula vibrasi ulur  $\text{Csp}^3\text{-H}$  pada daerah 2861,61 – 2860,49  $\text{cm}^{-1}$ . Selain itu, serapan  $\text{C=O}$  aldehida muncul pada bilangan gelombang 1667  $\text{cm}^{-1}$  dan didukung dengan serapan khas  $\text{-C-H}$  aldehida (*fermy doublet*) yang diperlihatkan dengan serapan pada bilangan gelombang 2746,03 – 2741,59  $\text{cm}^{-1}$ . Vibrasi ulur eter ( $\text{=C-O-C}$ ) berada pada bilangan gelombang 1267,02 – 1266,75  $\text{cm}^{-1}$ . Keempat produk hasil sintesis menampilkan spektra FTIR yang sangat mirip yaitu senyawa aromatis dengan substituen gugus hidroksil, karbonil dan eter. Serapan gugus-gugus fungsi yang

terdapat pada keempat senyawa produk memiliki kemiripan dengan serapan gugus-gugus fungsi yang terdapat pada vanilin. Berdasarkan hasil karakterisasi senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR diduga bahwa kadar senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dalam produk hasil sintesis relatif kecil dan tidak mampu dideteksi oleh instrumen. Sehingga diasumsikan bahwa produk hasil sintesis masih memiliki kandungan dominan senyawa vanilin sesuai dengan hasil analisis spektra FTIR senyawa produk.

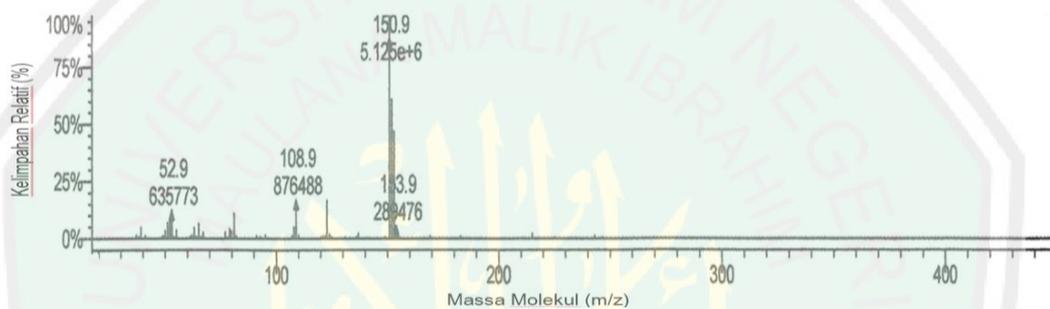
#### 4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM

Karakterisasi senyawa produk terbaik menggunakan KG-SM dilakukan untuk memastikan adanya senyawa target pada produk hasil sintesis. Senyawa produk variasi 4 dipilih sebagai produk terbaik karena alasan kualitatif, yaitu berdasarkan uji kimia variasi 4 menghasilkan larutan dengan intensitas warna merah yang paling kuat. Begitu pula terhadap hasil identifikasi menggunakan KLTA, yaitu diperoleh noda dengan intensitas warna kuning yang paling kuat. Kromatogram dari senyawa produk variasi 4 ditunjukkan pada Gambar 4.8.



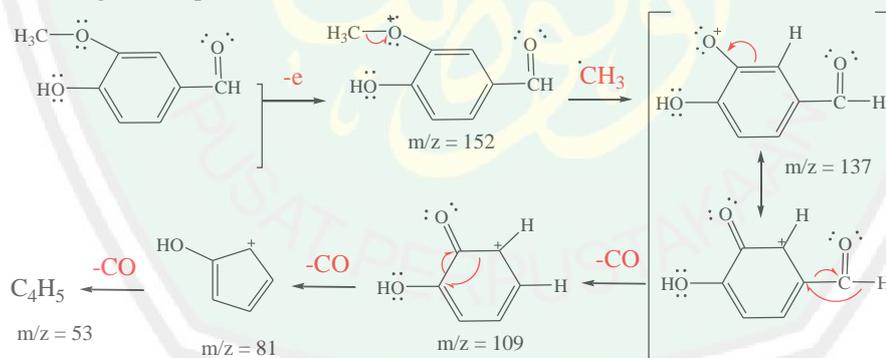
Gambar 4.8 Kromatogram senyawa produk variasi 4

Berdasarkan Gambar 4.8 diketahui bahwa pada senyawa hasil sintesis variasi 4 mengandung 1 senyawa yang ditunjukkan dengan 1 puncak. Berdasarkan penelusuran *library*, puncak dengan waktu retensi 17,536 menit dan pola spektra massa pada Gambar 4.9 memiliki kemiripan dengan senyawa vanilin yang memiliki berat molekul 152 g/mol. Puncak dengan nilai  $m/z$  151 merupakan puncak dasar yang memiliki kelimpahan relatif sebesar 100%.

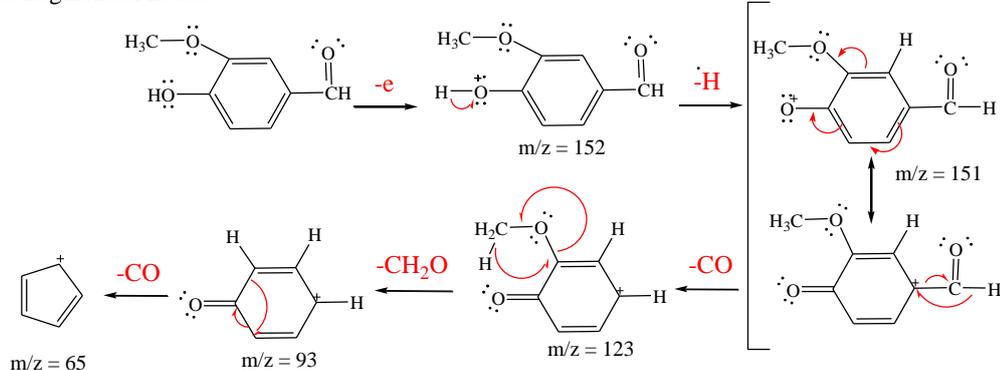


Gambar 4.9 Spektra massa senyawa vanilin

Pola fragmentasi pertama



Pola fragmentasi kedua



Gambar 4.10 Pola fragmentasi vanilin (Al-Hakimi, 2016)

Pola fragmentasi pertama, ion molekul melepaskan radikal metil menghasilkan puncak dengan nilai  $m/z$  137, selanjutnya terjadi pelepasan  $-CO$  menghasilkan puncak dengan nilai  $m/z$  109, 81 dan 53. Pola fragmentasi kedua, ion molekul melepaskan radikal hidrogen menghasilkan puncak dengan nilai  $m/z$  151 yang merupakan puncak dasar karena terstabilkan oleh adanya resonansi. Kemudian terjadi pelepasan  $-CO$  menghasilkan puncak dengan nilai  $m/z$  123. Selain itu, puncak dengan nilai  $m/z$  123 melepaskan  $-CH_2O$  menghasilkan puncak dengan nilai  $m/z$  93 dan melepaskan  $-CO$  menghasilkan puncak dengan nilai  $m/z$  65. Senyawa vanilin sebagai reaktan ditemukan sebagai puncak tunggal pada hasil karakterisasi senyawa produk menggunakan KG-SM. Senyawa target diduga memiliki titik didih yang terlalu tinggi sehingga karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan KG-SM tidak menunjukkan adanya senyawa target, yaitu puncak dengan nilai  $m/z$  326.

#### 4.6 Sintesis dalam Perspektif Islam

Penelitian merupakan salah satu ibadah kepada Allah Swt yakni menjalankan perintahNya untuk mencari ilmu dengan cara mengamati segala fenomena alam yang terjadi, menggambarkan akan kebesaran dan kekuasaan Allah atas segala yang telah diciptakan. Allah memberikan gelar *Ulul Albab* pada orang yang berfikir melalui aspek mata akal (fikir dan nadzar), jalan observasi (pengamatan), mata hati (dzikir) dan intropeksi (muhasabah, penghayatan dan perenungan) (Ahmad, 2003) sebagaimana firman Allah Swt dalam surat Ali Imran (3): 190.

Salah satu bentuk berpikir terhadap ciptaan Allah Swt adalah modifikasi struktur vanilin menjadi senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)-penta-1,4-dien-3-on dengan cara sintesis melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton dan vanilin. Variasi mol katalis NaOH dilakukan untuk memaksimalkan hasil sintesis, sebab setiap reaksi mempunyai kondisi dan ketetapan masing-masing. Sebagaimana firman Allah Swt dalam surat Al Furqan (25): 2.

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

“Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan (Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.”

Menurut Shihab (2002), kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Sedangkan kata *taqdiiron* adalah bentuk *masdar* dari kata *qaddara*. Ayat ini menyangkut pengaturan Allah Swt serta keseimbangan yang dilakukanNya antar makhluk. Artinya tidak ada satu pun ciptaanNya yang bernilai sia-sia sebab semuanya memiliki potensi yang sesuai dengan kadar yang cukup.

Sebagaimana yang telah dijelaskan dalam surat Al Furqon ayat 2, bahwa Allah Swt menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun dalam kegiatan sintesis perlu memperhatikan ukuran-ukuran yang meliputi suhu reaksi, waktu reaksi, perbandingan mol reaktannya dan penambahan reagen lain seperti katalis sebab katalis merupakan zat yang mampu mempercepat jalannya reaksi. Sintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on

dilakukan dengan menggerus vanilin (6 mmol), aseton (2 mmol) dan NaOH dalam berbagai variasi mol selama 15 menit. Variasi mol NaOH yang digunakan yaitu 4, 8, 12 dan 16 mmol. Selanjutnya padatan dilarutkan dalam aquades dan dilakukan netralisasi dengan penambahan HCl 2 M. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator serta ditimbang dengan neraca analitik hingga konstan. Kristal diukur titik lelehnya, dilakukan uji kimia dan diidentifikasi menggunakan KLT serta dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM.

Kadar senyawa target yang dihasilkan dalam penelitian ini diduga relatif sedikit sehingga tidak mampu terdeteksi oleh instrumen spektrofotometer FTIR maupun KG-SM. Namun, berdasarkan hasil uji kimia terhadap senyawa produk, diasumsikan bahwa senyawa target 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on telah terbentuk pada variasi 2, 3 dan 4 begitu pula identifikasi menggunakan KLTA menghasilkan noda berwarna kuning muda dengan  $R_f$  0,631 yang berbeda dengan warna dan nilai  $R_f$  noda yang dihasilkan oleh standar vanilin.

Hasil akhir yang diperoleh dari proses sintesis dapat berupa senyawa target yang diikuti oleh hasil samping. Selain penerapan kondisi yang sesuai, senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)-penta-1,4-dien-3-on dapat terbentuk karena kekuasaan Allah Swt untuk menciptakan segala sesuatu yang ada di muka bumi ini. Manusia berhak menciptakan sesuatu yang baru yakni sintesis senyawa sesuai prosedur yang telah ditentukan sedangkan hasil yang akan diperoleh sesuai dengan kehendak Allah Swt (Gulen, 2005). Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini diketahui bahwa kemampuan manusia sangatlah terbatas, untuk mencoba meniru ciptaan Allah Swt yaitu senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)-penta-1,4-dien-3-on diperoleh hasil yang belum memuaskan.

Ketetapan yang telah Allah Swt ciptakan memiliki porsi yang paling tepat dan adil sehingga manusia sebagai makhlukNya haruslah selalu memuji akan kebesaran Allah Swt serta bersyukur atas segala karunia yang telah dilimpahkanNya. Manusia sebagai insan *Ulul Albab* harus menanggapi hasil penelitian ini dengan tetap berupaya mencari kondisi yang tepat untuk sintesis senyawa target.

Sintesis kimia merupakan unit bidang kimia yang mempunyai potensi besar untuk mencemari lingkungan melalui pembuangan limbah-limbah tanpa melalui proses pengolahan terlebih dahulu. Adanya metode sintesis ramah lingkungan merupakan salah satu solusi sintesis yang baik dalam kaitannya menjaga lingkungan. Oleh karena itu, sintesis senyawa target dilakukan menggunakan teknik penggerusan dengan tujuan untuk mengurangi potensi dihasilkannya limbah selama proses sintesis. Hal ini merupakan upaya untuk menjaga kelestarian lingkungan sebagaimana firman Allah Swt dalam surat Ar Rum (30): 41.

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

﴿٤١﴾

*“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”*

Firman Allah Swt dalam surat Ar Rum ayat 41 merupakan bentuk peringatan Allah kepada manusia agar *“kembali (ke jalan yang benar)”*. Sebagai ilmuwan kimia, tafsiran kata *“kembali (ke jalan yang benar)”* adalah kembali memikirkan alam dengan menerapkan penelitian-penelitian yang ramah lingkungan (*Green Chemistry*) sehingga akan tercipta alam yang baik untuk generasi selanjutnya (Al-Hakimi, 2016).

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil uji kimia terhadap produk dengan jumlah NaOH 4 mmol menghasilkan larutan tak berwarna. Hasil uji kimia terhadap produk dengan jumlah NaOH 8, 12 dan 16 mmol menghasilkan larutan berwarna merah dengan intensitas warna semakin pekat yang mengindikasikan terbentuknya senyawa garam diendon.
2. Produk hasil sintesis dengan jumlah NaOH 16 mmol mempunyai karakteristik yaitu kristal berwarna kuning dengan titik leleh 75-78 °C. Identifikasi menggunakan KLT menghasilkan noda dengan nilai  $R_f$  0,631 dan berbeda dari noda yang dihasilkan oleh standar vanilin ( $R_f$  0,775). Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya gugus aromatis ( $1590$  dan  $1465\text{ cm}^{-1}$ ), hidroksil ( $3188\text{ cm}^{-1}$ ), karbonil ( $1667\text{ cm}^{-1}$ ) dan eter ( $1266\text{ cm}^{-1}$ ).

#### **5.2 Saran**

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan tentang variasi waktu reaksi lebih dari 15 menit sehingga dapat diketahui waktu optimum yang diperlukan untuk vanilin bereaksi dengan aseton menghasilkan senyawa target.
2. Perlu dilakukan penelitian lanjutan tentang variasi mol katalis NaOH lebih dari 16 mmol sehingga dapat diketahui mol optimum untuk menghasilkan senyawa target.

3. Perlu dicatat waktu untuk menghasilkan warna merah selama proses penggerusan sehingga dapat diketahui pengaruh variasi mol katalis NaOH terhadap reaksi pembentukan garam senyawa target.
4. Perlu dilakukan pencucian terhadap kristal senyawa produk menggunakan akuades hangat (80 °C) untuk melarutkan sisa reaktan dan sisa basa.
5. Perlu dilakukan pemurnian terhadap kristal senyawa produk menggunakan KLTP dan selanjutnya dilakukan karakterisasi terhadap isolat hasil KLTP menggunakan Spektrofotometer FTIR dan Spektrometer <sup>1</sup>H-NMR.



## DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, I. 2003. *Peringatan Bagi Ulul Albab (Reminders for People of Understanding)*. Diterjemahkan oleh Ismail Umar dan Titie Wibipriatno. Madinah: Imtiaz Ahamd corp.
- Al-Hakimi, N.S. 2016. Sintesis Senyawa Imina dari Vanilin dan Anilina dengan Variasi Jumlah Katalis Air Jeruk Nipis. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ambo, N. 2012. Sintesis Senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-3-buten-2-on 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., and El-Daly, S. A. 2014. Green Synthesis, Characterization, Photophysical and Electrochemical Properties of Bis-Chalcones. *International Journal of Electrochemical Science*, 9, 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: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi 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.
- Dev, S., and Dhaneshwar, S. R. 2013. A Solvent-Free Protocol for The Green Synthesis of Heterocyclic Chalcones. *Der Pharmacia Lettre*, 5(5), 219-223. ISSN 0975-5071.
- Fessenden, R. J. dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik*. 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*. Yogyakarta: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gao, W., Liu, R., Li, Y., and Cui, P. 2014. Two Efficient Methods for the Synthesis of Novel Indole-Based Chalcone Derivatives. *Res Chem Intermed.*, 40, 3021–3032.

- Grossman, R. B. 2002. *The Art of Writing Reasonable Organic Reaction Mechanisms, Second Edition*. UK: University of Kentucky.
- Gulen, F. 2005. *Qadar, Ditangan Siapakah Takdir Atas Diri Kita*. Jakarta: Republika.
- Handayani, S., Matsjeh, S., Anwar, C., and Atun, S. 2010. Synthesis and Activity Test as Antioxidant of Two hydroxydibenzalacetones. *Proceedings Pure and Applied Chemistry International Conference*. Thailand. Page 686-688.
- Handayani, S., Arianingrum, R. and Haryadi, W. 2011. Vanilin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla planifolia Andrews*) to Form Vanillinacetone. *Proceedings at 14<sup>th</sup> Chemical Congress 2011*, 252-257.
- Handayani, S., Arianingrum, R dan Haryadi, W. 2013. Aktivitas Antioksidan dan Antikanker Turunan Benzalaseton. *Jurnal Penelitian Saintek*, 18(1), 71-83.
- Hart, Harold. 2003. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Himaja, M., Poppy, D., dan Asif, K. 2011. Green Technique-Solvent Free Synthesis and Its Advantages. *Review Article IJRAP*, 5(5), 219-223.
- 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: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Kasir, Al-Imam Abul Fida Isma'il Ibnu. 2000. *Tafsir Ibnu Kasir*. Diterjemahkan oleh Bahrhun Abu Bakar. Bandung: Sinar Baru Algensindo Bandung.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- 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*, 4(1), 266-279.
- Madiyono, M. 2002. Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dari Vanilin dan Aseton. *Skripsi*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Miller, A. and Solomon, P.H. 1999. *Writing Reaction Mechanisms in Organic Chemistry*. Elsevier Science & Technology Books.
- Muhadi dan Muadzlin. 2010. *Semua Penyakit Ada Obatnya, Menyembuhkan Penyakit Ala Rasulullah*. Yogyakarta: Mutiara Media.
- Pertiwi, N. K. P., Handayani, S., Budimarwanti, C., dan Haryadi, W. 2015. Optimasi Konsentrasi Natrium Hidroksida Pada Sintesis 2,6-bis(3',4'-

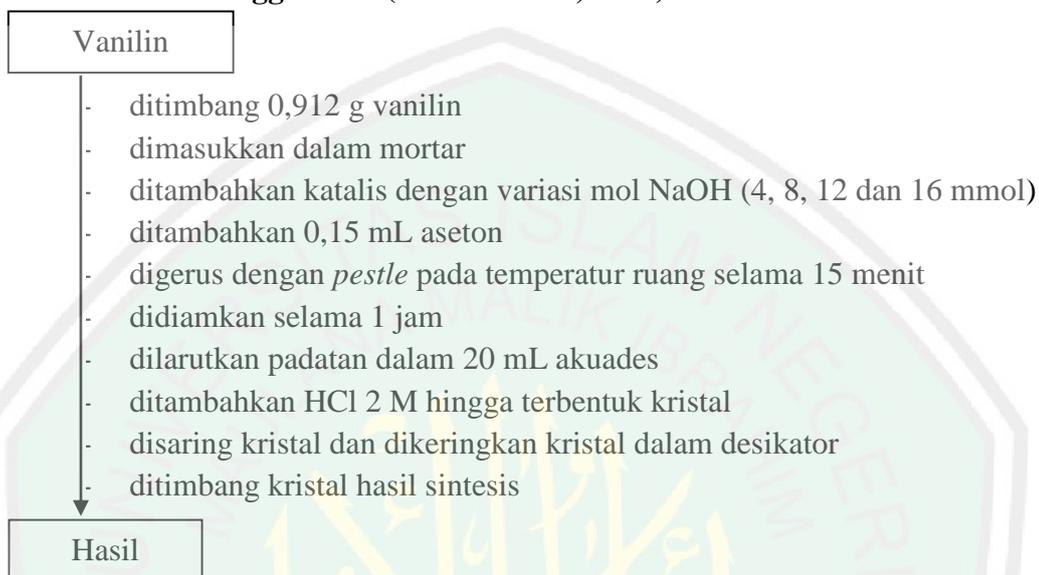
dimetoksibenzilidin)sikloheksanon Melalui Reaksi Claisen-Schmidt. *Jurnal Penelitian Saintek*, 20(2), 114-121.

- Pranowo, D., Affandi, M. Y., Candraningrum, W. dan Muchalal, M. 2010. Mempelajari Sintesis 4-(hidroksifenil)-3-buten-2-on. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia II*. Solo. ISBN: 979-498-547-3.
- Rafiee, E. and Rahim, F. 2013. A Green Approach to The Synthesis of Chalcones Via Claisen-Schmidt Condensation Reaction Using Cesium Salts of 12-Tungstophosphoric Acid as A Reusable Nanocatalyst. *Monatsh Chem*, 144, 361-367.
- Rahman, A. F. M. M., Ali, R., Jahng, Y. and Kadi, A. A. 2012. A Facile Solvent Free Claisen-Schmidt Reaction: Synthesis of  $\alpha,\alpha'$ -bis-(Substituted-benzylidene)cycloalkanones and  $\alpha,\alpha'$ -bis-(Substituted-alkylidene)cycloalkanones. *Article Molecules*, 17, 571-583.
- Ramadhan, A. M., Utami, D., dan Sardjiman. 2015. Sintesis 2,6-bis(2'-hidroksibenzilidin)sikloheksanon dari Hidroksibenzaldehid dan Sikloheksanon Dengan Katalis Natrium Hidroksida. *J. Trop. Pharm. Chem.*, 3(1), 1-11.
- Rateb, N. M., and Zohdi, H. F. 2012. Atom-Efficient, Solvent-Free, Green Synthesis of Chalcones by Grinding. *An International Journal for Rapid Communication of Synthetic Organic Chemistry*, 39, 2789-2794. ISSN: 0039-7911.
- Riswiyanto. 2009. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Sastrapradja, S. J. P. Moge, Murni, S. dan Jumiati, J. A. 1978. *Palem Indonesia*. Lembaga Biologi Nasional.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: UGM Press.
- Sastrohamidjojo, H. dan Pranowo, H. D. 2009. *Sintesis Senyawa Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir al Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., and Kiemle, D. J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Hoboken: John Willey & Sons Inc.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Characteristic Group Frequencies Tables and Charts Second Edition*. New York: John Wiley & Sons.
- Suarez, J. A. Q., Rando, D. G., Santos, R. P., Gonçalves, C. P., Ferreira, E., Carvalho, J. E., Kohn, L., Maria, D. A., Flores, F. F., Michalik, D., Marcucci,

- M. C., and Vogel, C. 2010. New Anti-tumoral Agents I: *In Vitro* Anti-cancer Activity and *In Vivo* Acute Toxicity of Synthetic 1,5-bis(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)-1,4-pentadien-3-one and Derivatives. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 18, 6275-6281.
- Susanti, E. V. H., Matsjeh, S., Mustofa and 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.*, 14(2), 174 – 178.
- Syamala, B. N., Naidu, M., Sulochanamma, G. S. and 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*, 55, 7738-7743.
- Sykes, P. 1989. *A Guide to Mechanism In Organic Chemistry*. Cambridge: Christ's College.
- Tanaka, K. and Toda, F. 2002. *Organic Solid State Reactions*. Springer Science Business Media, B.V.
- Wade, L. G. 2006. *Organic Chemistry*. New Jersey: Pearson Education International.
- Willis, C. L. dan Willis, M. 2004. *Sintesis Organik*. Diterjemahkan oleh Marcellino Rudyanto. Surabaya: Universitas Airlangga Press.
- ZiXing, S., XinXiang, L., Lin, H., and XiaoYun, H. 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*, 53(5), 1095–1101.

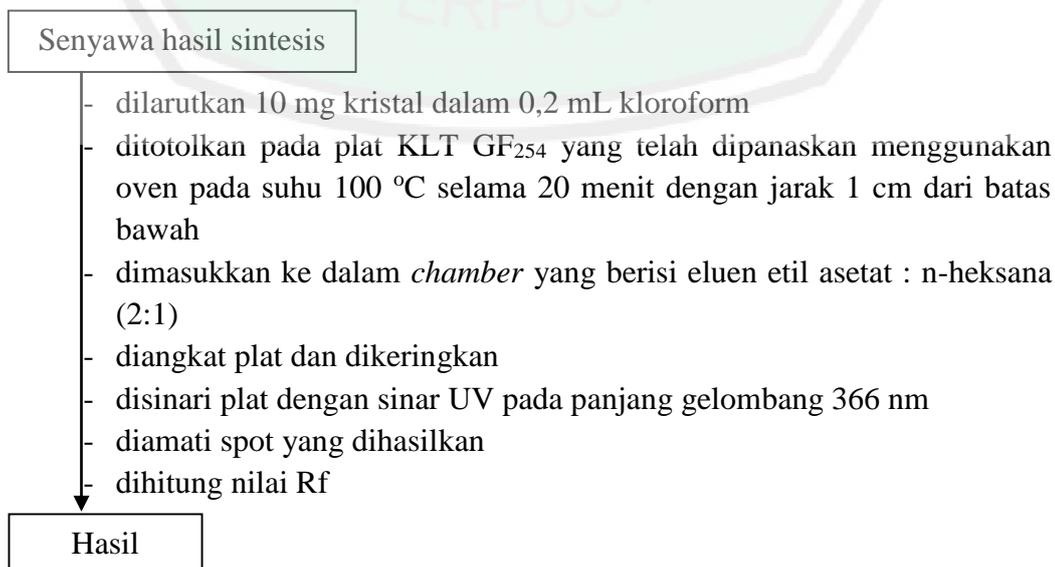
## Lampiran 1

## DIAGRAM ALIR

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


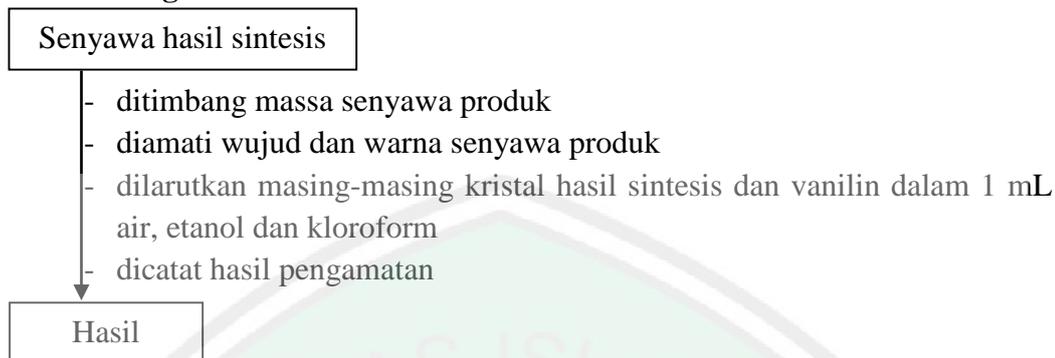
Variasi mol NaOH yang digunakan adalah sebagai berikut:

No.	Variasi mol NaOH (mmol)	Aseton (mL)	Vanilin (g)	NaOH (g)
1.	4			0,16
2.	8			0,32
3.	12	0,15	0,912	0,48
4.	16			0,64

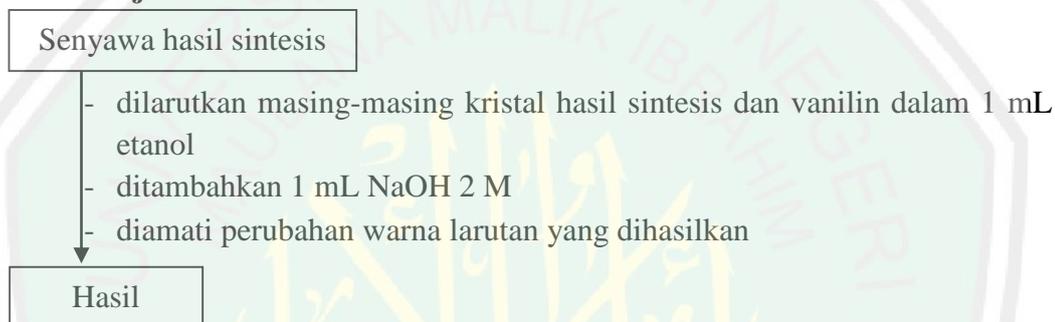
**L.1.2 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA**


### L.1.3 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Senyawa Produk

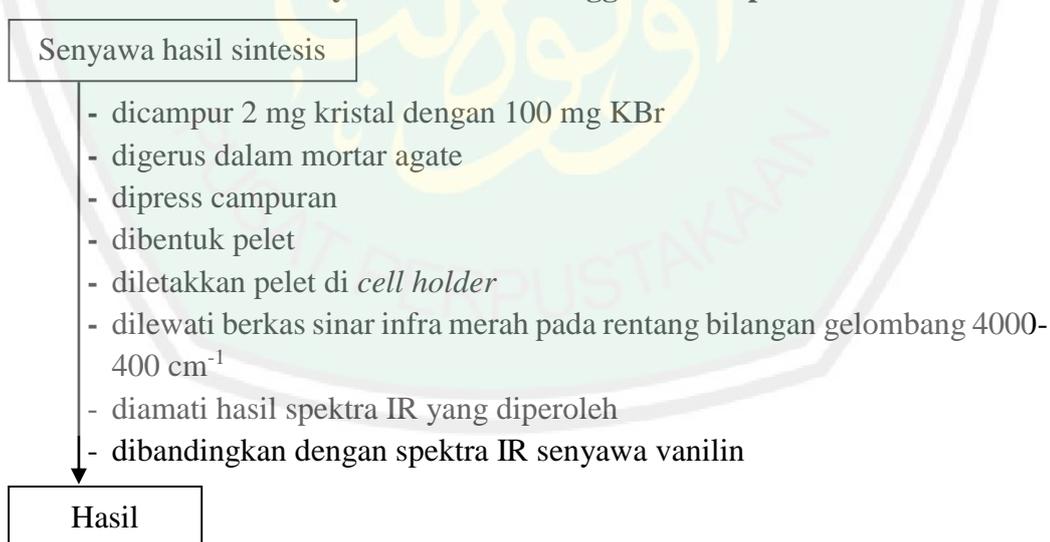
#### L.1.3.1 Pengamatan Sifat Fisik



#### L.1.3.2 Uji Kimia



#### L.1.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR



### L.1.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM

Senyawa hasil sintesis

- dilarutkan 30 mg kristal dalam 1 mL kloroform
  - diinjeksikan 1  $\mu\text{L}$  menggunakan *syringe* ke dalam instrumen KG-SM
- Varian dengan kondisi operasional alat:
- Jenis kolom : Agilent J&W VF-5ms
  - Panjang kolom : 30 meter
  - Detektor KG : CP 3800
  - Detektor SM : Saturn 2200
  - Oven : Temperatur terprogram (80 °C selama 5 menit; 80 °C  $\rightarrow$  270 °C selama 38 menit dengan kenaikan 5 °C/menit; 270 °C dengan 30 menit)
  - Temperatur injektor : 300 °C
  - Tekanan gas : 16,5 kPa
  - Kecepatan alir gas : 1 mL/menit
  - Gas pembawa : Helium
- diamati hasil kromatogram dan spektra massa yang diperoleh

Hasil

## Lampiran 2

## PERHITUNGAN

**L.2.1 Perhitungan Pengambilan Massa Vanilin (2) 6 mmol**

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (2)} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\
 \text{BM senyawa (2)} &= 152,1473 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol senyawa (2)} &= 6 \text{ mmol} = 0,006 \text{ mol} \\
 \text{Massa senyawa (2)} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,006 \text{ mol} \times 152,1473 \text{ g/mol} \\
 &= 0,912 \text{ g}
 \end{aligned}$$

**L.2.2 Perhitungan Pengambilan Massa Aseton (3) 2 mmol**

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa (3)} &= \text{C}_3\text{H}_6\text{O} \\
 \text{BM senyawa (3)} &= 58,08 \text{ g/mol} \\
 \text{BJ senyawa } (\rho) &= 0,79 \text{ g/mL} \\
 \text{Mol senyawa (3)} &= 2 \text{ mmol} = 0,002 \text{ mol} \\
 \text{Volume senyawa (3)} &= \frac{\text{mol} \times \text{BM}}{\text{BJ}} \\
 &= \frac{0,002 \text{ mol} \times 58,08 \text{ g/mol}}{0,79 \text{ g/mL}} \\
 &= 0,147 \text{ mL} \\
 &= 0,15 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

**L.2.3 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 4 mmol**

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\
 \text{BM senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,004 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\
 &= 0,16 \text{ g}
 \end{aligned}$$

**L.2.4 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 8 mmol**

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\
 \text{BM senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,008 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\
 &= 0,32 \text{ g}
 \end{aligned}$$

**L.2.5 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 12 mmol**

$$\begin{aligned}
 \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\
 \text{BM senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\
 \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\
 &= 0,012 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

$$= 0,48 \text{ g}$$

### L.2.6 Perhitungan Pengambilan Massa NaOH 16 mmol

Rumus molekul senyawa	= NaOH
BM senyawa	= 40 g/mol
Massa senyawa	= mol x BM
	= 0,016 mol x 40 g/mol
	= 0,64 g

### L.2.7 Pembuatan Larutan HCl 2 M

$\rho$	= 1,19 g/mL
BM	= 36,5 g/mol
Molaritas	= 2 M
gram HCl yang dibutuhkan	= 0,05 L x 2 mol/L x 36,5 g/mol
	= 3,65 gram
gram HCl per mililiter	= 1,19 g/mL x 0,37
	= 0,44 g/mL
volume HCl yang diperlukan	= $\frac{3,65 \text{ g}}{0,44 \text{ g/mL}}$
	= 8,3 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  $\pm 8$  mL aquades. Ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogen. Perlakuan ini dilakukan dalam lemari asap.

### L.2.8 Pembuatan Larutan NaOH 2 M

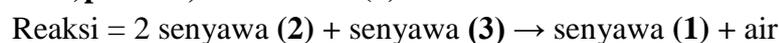
$$M = \frac{\text{massa (gram)}}{BM} \times \frac{1000}{\text{volume (mL)}}$$

$$2 \text{ M} = \frac{\text{massa (gram)}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{25 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = \frac{2 \text{ M} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 25 \text{ mL}}{1000} = 2 \text{ gram}$$

Cara pembuatannya yaitu ditimbang NaOH sebanyak 2 gram dan dilarutkan dalam 10 mL aquades kemudian dimasukkan dalam labu ukur 25 mL. Ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogen. Perlakuan ini dilakukan dalam lemari asap.

### L.2.9 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksi fenil)penta-1,4-dien-3-on (1)



Reaksi	2 Senyawa (2)	+	Senyawa (3)	→	Senyawa (1)
Mula-mula	0,006		0,002		-
Bereaksi	0,004		0,002		0,002
Sisa	0,002		-		0,002

Rumus molekul senyawa (1) =  $C_{19}H_{18}O_5$   
 BM senyawa (1) = 326 g/mol  
 Mol senyawa (1) = 0,002 mol  
 Massa senyawa (1) = mol x BM  
 = 0,002 mol x 326 g/mol  
 = 0,652 g

#### L.2.10 Perhitungan Nilai $R_f$ Hasil KLTA

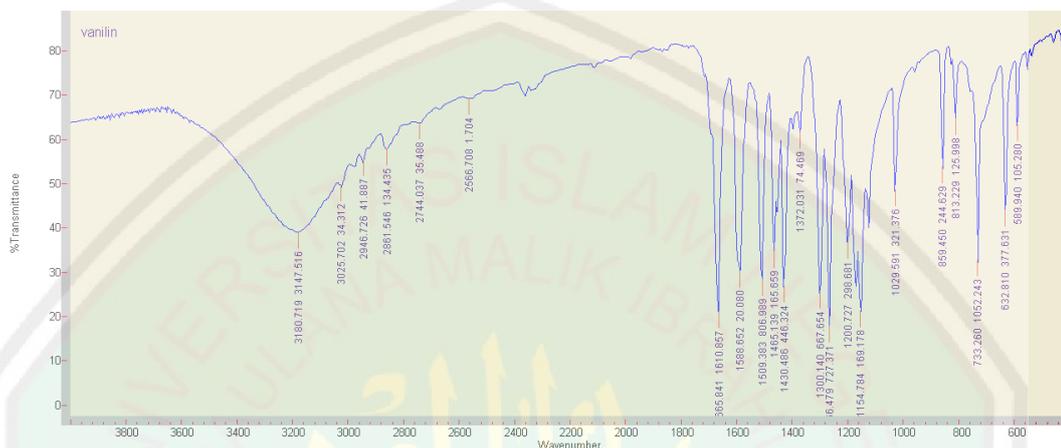
	Noda 1	Noda 2
Vanilin	$\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,775$	-
Variasi 1	$\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,775$	-
Variasi 2	$\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,775$	$\frac{5,05 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,631$
Variasi 3	$\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,775$	$\frac{5,05 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,631$
Variasi 4	$\frac{6,2 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,775$	$\frac{5,05 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,631$

Lampiran 3

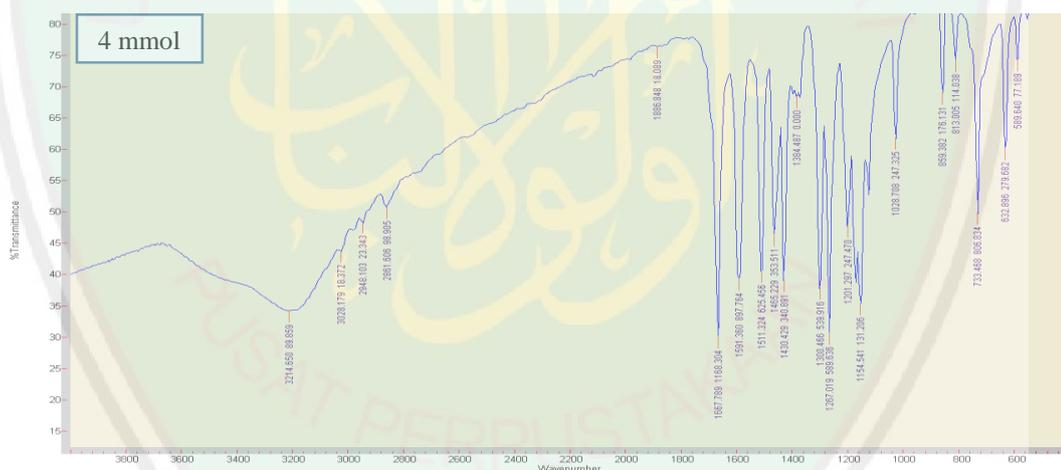
HASIL ANALISIS FTIR dan KG-SM

L.3.1 Hasil analisis FTIR

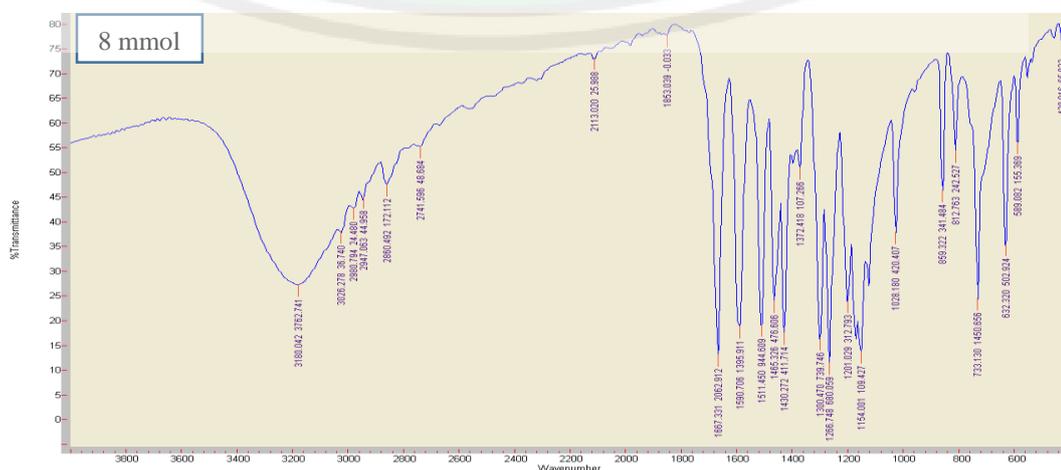
L.3.1.1 Hasil analisis FTIR senyawa Vanilin



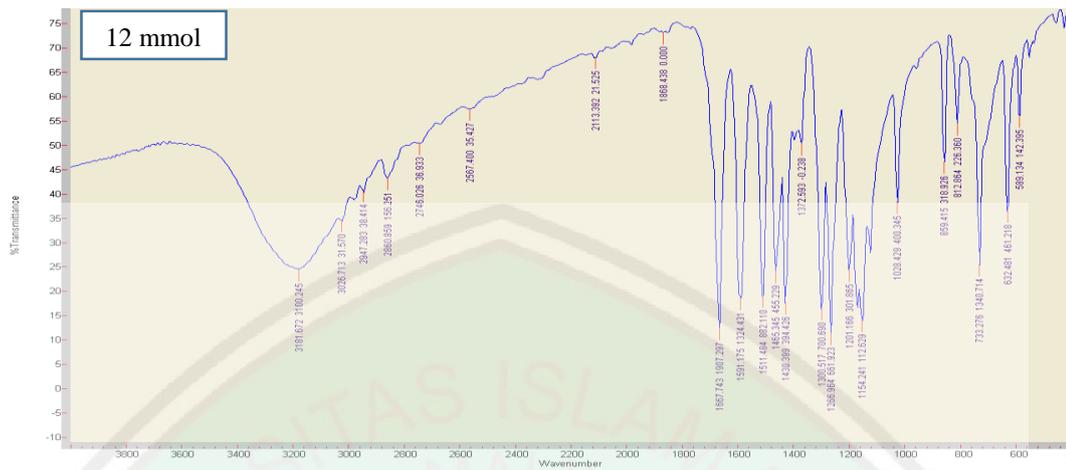
L.3.1.2 Hasil Analisis FTIR variasi 1 (4 mmol)



L.3.2.1.3 Hasil Analisis FTIR variasi 2 (8 mmol)



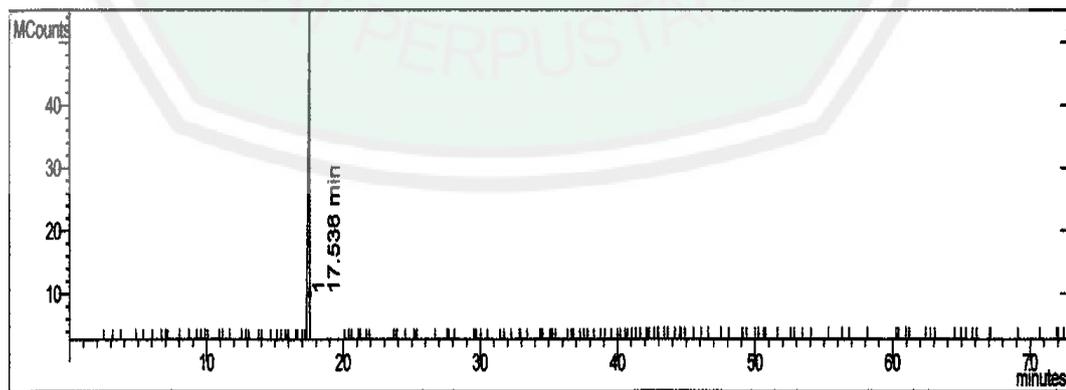
**L.3.1.4 Hasil Analisis FTIR variasi 3 (12 mmol)**



**L.3.1.5 Hasil Analisis FTIR variasi 4 (16 mmol)**

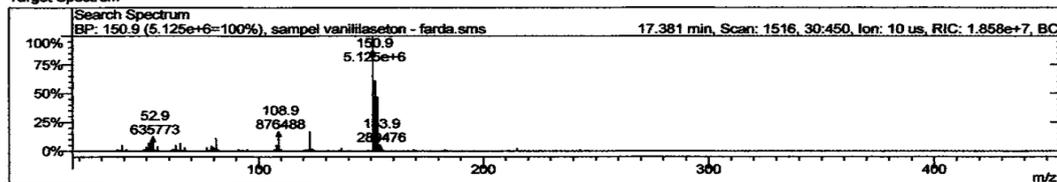


**L.3.2 Hasil Analisis KG-SM**

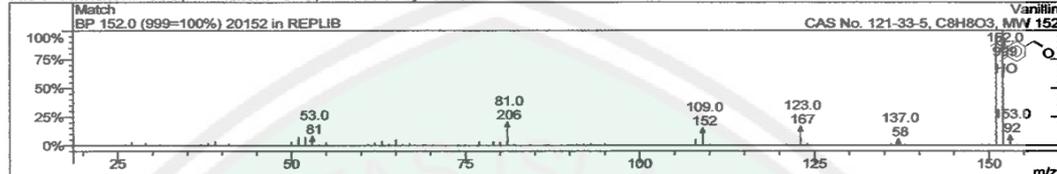


## Best 5 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



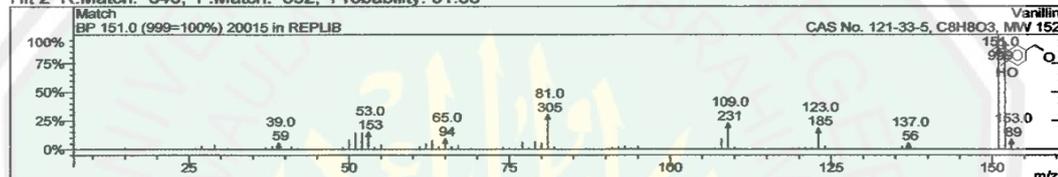
Hit 1 R.Match: 850, F.Match: 840, Probability: 31.68



Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin  
Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>  
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

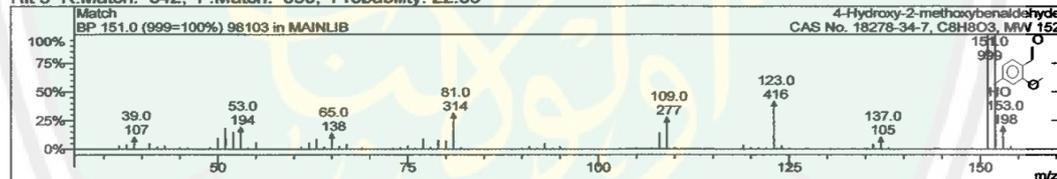
Hit 2 R.Match: 843, F.Match: 832, Probability: 31.68



Spectrum 20015 from REPLIB Library

Name: Vanillin  
Pair Count: 81 MW: 152 Formula: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>  
CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 14.0 - 154.0 m/z

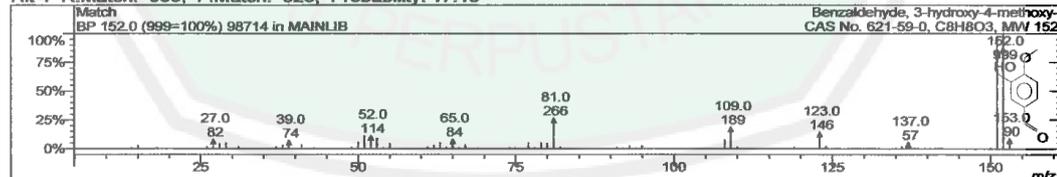
Hit 3 R.Match: 842, F.Match: 830, Probability: 22.36



Spectrum 98103 from MAINLIB Library

Name: 4-Hydroxy-2-methoxybenzaldehyde  
Pair Count: 74 MW: 152 Formula: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>  
CAS No: 18278-34-7 Acquired Range: 37.0 - 155.0 m/z

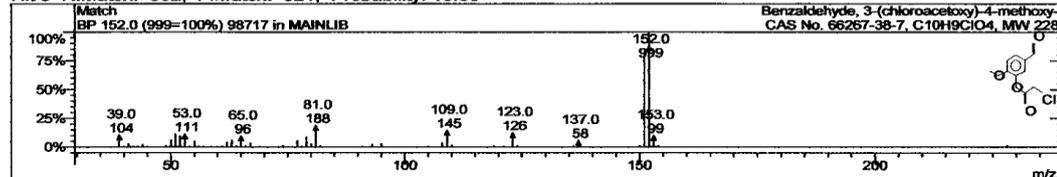
Hit 4 R.Match: 833, F.Match: 823, Probability: 17.13



Spectrum 98714 from MAINLIB Library

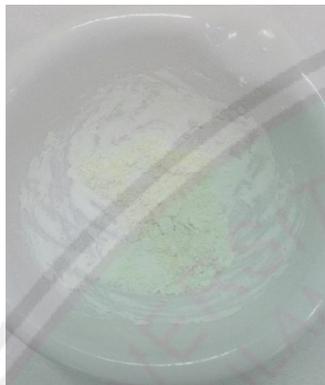
Name: Benzaldehyde, 3-hydroxy-4-methoxy-  
Pair Count: 89 MW: 152 Formula: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>  
CAS No: 621-59-0 Acquired Range: 12.0 - 154.0 m/z

Hit 5 R.Match: 832, F.Match: 821, Probability: 15.80



Spectrum 98717 from MAINLIB Library

Name: Benzaldehyde, 3-(chloroacetoxy)-4-methoxy-  
Pair Count: 65 MW: 228 Formula: C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>ClO<sub>4</sub>  
CAS No: 66267-38-7 Acquired Range: 39.0 - 230.0 m/z

**Lampiran 4****DOKUMENTASI****L.4.1 Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on****L.4.1.1 Variasi NaOH 4 mmol (F1)**

Gambar 1. F1 setelah didiamkan



Gambar 2. F1 larut dalam aquades



Gambar 3. F1 penambahan HCl



Gambar 4. F1 kristal hasil sintesis

**L.4.1.2 Variasi NaOH 8 mmol (F2)**

Gambar 5. F2 setelah didiamkan



Gambar 6. F2 larut dalam aquades



Gambar 7. F2 penambahan HCl



Gambar 8. F2 kristal hasil sintesis

#### L.4.1.3 Variasi NaOH 12 mmol (F3)



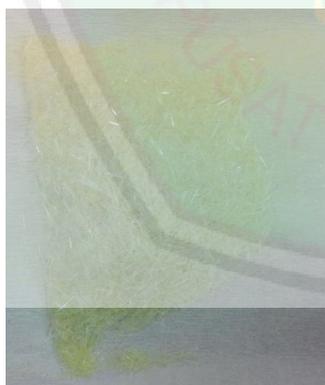
Gambar 9. F3 setelah didiamkan



Gambar 10. F3 larut dalam aquades



Gambar 11. F3 penambahan HCl



Gambar 12. F3 kristal hasil sintesis

#### L.4.1.4 Variasi NaOH 16 mmol (F4)



Gambar 13. F4 setelah didiamkan



Gambar 14. F4 larut dalam aquades



Gambar 15. F4 penambahan HCl



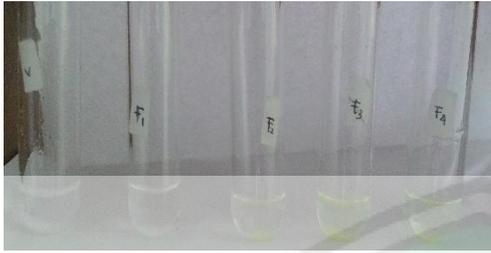
Gambar 16. F4 kristal hasil sintesis

#### L.4.2 Hasil Identifikasi Menggunakan KLTA

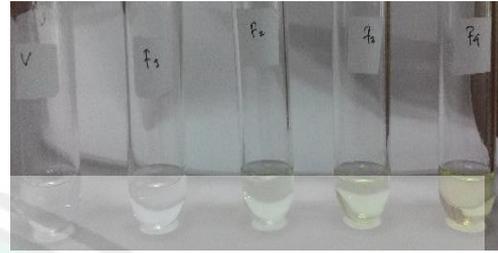


Gambar 17. Hasil identifikasi KLTA

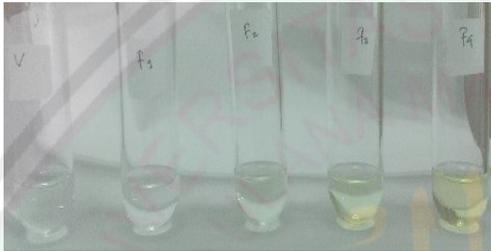
#### L.4.3 Hasil Uji Kelarutan dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk



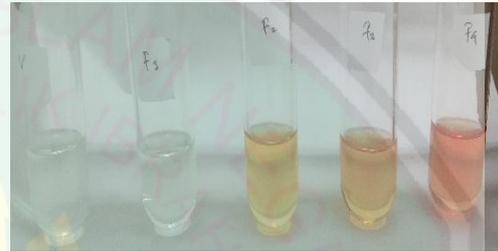
Gambar18. Kelarutan dalam aquades



Gambar 19. Kelarutan dalam kloroform



Gambar 20. Kelarutan dalam etanol



Gambar 21. Setelah penambahan NaOH 2 M

## PERSEMBAHAN

*This thesis is dedicated to my beloved*

*For my father, TAUFIQ and my mother MUZAIYANAH who always calling my name in every prayer. Thanks to the blessing of both parents, I had the opportunity to study up to the bachelor's degree. Hopefully I acquired knowledge into useful knowledge and be equipped to boast as well as elevating both parents.*

*For my brother YUSNIZAR ZULMI and my sister MIFTAH NUR HAFIDAH who has given motivation to study in a blessings environment. Let's together realize the noble ideals to boast and happy parents.*

*For Ciluk, Cimi and Cinta, hopefully our relationship entwined forever and bring the goodness for us.*

*Thank you very much*

## MOTTO

*"Also gewiß, mit der Erschwernis ist Erleichterung, gewiß, mit der Erschwernis ist Erleichterung. Wenn du nun fertig bist, dann strenge dich an und nach deinem Herrn richte dein Begehren aus"*

*(سورة الشرح: ٥-٨)*

**Janji Allah Swt adalah pasti  
Oleh karena itu, jangan pernah berhenti berharap  
Maksimalkan dalam do'a dan usaha,  
Berprasangka baiklah  
Maka Allah Swt akan menentukan hasil yang terbaik**



**KEMENTERIAN AGAMA RI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**

**JURUSAN KIMIA**

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933  
www.uin-malang.ac.id Email: info\_uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

**KARTU KONSULTASI PENELITIAN**

Nama : FARDA FARCHANA  
 NIM : 12630097  
 Judul Skripsi : SINTESIS SENYAWA 1,5-BIS(4-HIDROKSI-3-METOKSIFENIL) PIRTA-1,4-DIET-3-ON DENGAN VARIASI MOL KATALIS NaOH MELAWI REAKSI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT MELAKUKAKAN TEKNIK PEMBERSIHAN

Pembimbing Utama : RACHMAWATI FENGSIH, M.Si  
 Pembimbing Agama : NUR ALMI, M.Si  
 Konsultan : AUNAD HANADI, M.Sc

No.	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1.	28-09-2015	Tema	Pembimbing mengarahkan tema sintesis senyawa berbahan batu arton dan vanilin teknik pengapuran	
2.	08-10-2015	Bab III	Reaksi dan katalis digerus, digunakan 4 variasi mol NaOH, ditambahkan larutan HCl 2M, ukur t.l	
3.	26-10-2015	Bab I dan Bab III	Bab I : perbaikan dilesi, kelebihan metode yang digunakan Bab III : sudah cukup	
4.	18-11-2015	Bab I	Perbanyak referensi jurnal penelitian perbaikan pola pikir, senyawa → modifikasi melalui Claisen-Schmidt → grüning	
5.	26-11-2015	Bab I, Bab II dan Bab III	Bab I : perbaikan pola pikir Bab II dan III : sudah cukup	
6.	02-12-2015	Bab I dan Bab II	Bab I : sertakan variasi mol NaOH yang digunakan (pola LB) Bab II : bukan text book, sertakan kondisi	
7.	16-12-2015	Bab I dan Bab II	Bab I : sudah cukup Bab II : sertakan contoh analisis senyawa analog.	
8.	11-01-2016	Bab I, Bab II, Bab III, perhitungan	Bab II : nilai Rp, serapan HIR FTIR, fragmentasi, perhitungan berat NaOH	
9.	24-06-2016	Bab IV	Analisa prosedur dan hasil	
10.	20-07-2016	Bab I dan Bab IV	Bab I : tambahkan penghubung modifikasi Bab IV : integrasi	
11.	20-07-2016	Bab IV	Memperbaiki dugaan terbentuknya senyawa target melalui uji kimia	
12.	27-07-2016	Bab IV	Menambahkan hasil pengamatan sifat fisik produk	
13.	02-08-2016	Bab I, Bab II dan Bab IV	Terbantu penggunaan integrasi pada bab II dan bab IV	
14.	03-08-2016	Bab II dan Bab IV	Bab II : perlu perbaikan Bab IV : sudah cukup	
15.	03-08-2016	Bab IV dan Bab V		
16.	05-08-2016	Bab II	ACC	
17.	21-08-2016	Bab IV	Analisa prosedur dan hasil	
18.	07-09-2016	Bab IV		