

SKRIPSI

PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO TERHADAP PROFIL KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS PADA SINTESIS METIL *ORTO*-METOKSISINAMAT



ISTNA NUR 'AINUL YAQIN

FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA

DEPARTEMEN KIMIA FARMASI

SURABAYA

2020

Lembar Pengesahan

**Pengaruh Daya Iradiasi Gelombang Mikro Terhadap
Profil Kromatografi Lapis Tipis pada Sintesis Metil
orto-Metoksisinamat**

SKRIPSI

**Dibuat untuk memenuhi syarat mencapai gelar Sarjana Farmasi pada
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga**

2020

Oleh:

Istna Nur 'Ainul Yaqin

NIM : 051611133066

Skripsi ini telah disetujui

Pada tanggal 23 Agustus 2020 oleh:

Pembimbing Utama

Pembimbing Serta

**Dr. apt. Juni Ekowati, M.Si.
NIP 1967021992032002**

**Dr. apt. Suzana, M.Si.
NIP 196509271992032002**

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Istna Nur 'Ainul Yaqin

NIM : 051611133066

adalah mahasiswa Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, menyatakan dengan sesungguhnya bahwa saya tidak melakukan tindakan/kegiatan plagiasi dalam menyusun Naskah Tugas Akhir/Skripsi dengan judul:

Pengaruh Daya Iradiasi Gelombang Mikro terhadap Profil Kromatografi Lapis Tipis pada Sintesis Metil *orto*-Metoksisinamat

Apabila di kemudian hari diketahui bahwa isi Naskah Skripsi ini merupakan hasil plagiasi, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Surabaya, 23 Agustus 2020

Yang membuat pernyataan,


Istna Nur 'Ainul Yaqin
NIM. 05161113306

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Istna Nur 'Ainul Yaqin

NIM : 051611133066

menyatakan bahwa demi kepentingan perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui abstrak Skripsi yang saya tulis dengan judul:

Pengaruh Daya Iradiasi Gelombang Mikro terhadap Profil Kromatografi Lapis Tipis pada Sintesis Metil *orto*-Metoksisinamat

untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu Digital Library Perpustakaan Universitas Airlangga untuk kepentingan akademik, sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Surabaya, 23 Agustus 2020

Yang membuat pernyataan,



Istna Nur 'Ainul Yaqin

NIM. 051611133066

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT atas limpahan berkat dan rahmatnya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pengaruh Daya Iradiasi Gelombang Mikro Terhadap Profil Kromatografi Lapis Tipis pada Sintesis Metil *orto*-Metoksisinamat”** sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar sarjana farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.

Dalam penyusunan naskah skripsi ini tentu tidak lepas dari dukungan banyak pihak. Untuk itu penulis ingin menyampaikan rasa terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. apt. Juni Ekowati, M.Si. selaku pembimbing utama yang telah memberikan banyak waktu serta tenaga untuk membimbing dengan sangat sabar serta memberikan motivasi, ilmu, kritik serta masukan yang membangun dari awal pembuatan naskah skripsi hingga selesai. Dan juga yang telah membantu dalam pembiayaan penelitian skripsi melalui penelitian PDUPT 2019-2020 dengan judul Modifikasi Struktur Asam *orto*-Kumarat sebagai Antitrombosis.
2. Dr. apt. Suzana, M.Si. selaku pembimbing serta yang telah memberikan waktu, ilmu, arahan serta masukan dalam penyusunan naskah dengan sangat sabar dari awal hingga terselesaikan dengan baik.
3. Prof. Dr. Mohammad Nasih, MT., SE., Ak. selaku rektor Universitas Airlangga yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk menempuh Pendidikan di fakultas farmasi Universitas Airlangga.

4. Prof. Dr. apt. Hj. Umi Athijah., M.S. selaku dekan Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang telah menyediakan sarana prasarana sehingga proses perkuliahan berjalan dengan lancar.
5. apt. Drs. Marcellino Rudyanto, M.Si., Ph.D selaku ketua Departemen Kimia Farmasi Universitas Airlangga yang telah menyediakan fasilitas sehingga proses skripsi berjalan dengan lancar.
6. Prof. Dr. apt. Amirudin Prawita, MS. dan Prof. Dr. apt. Suko Hardjono, MS. selaku dosen penguji yang telah memberikan waktunya untuk memberikan pemahaman dan kritik yang membangun dalam pengerjaan skripsi.
7. Dr. apt. Wahyu Utami, MS. selaku dosen wali yang sudah membimbing dan memberi nasehat selama menempuh Pendidikan di Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.
8. Seluruh dosen Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang telah memberikan ilmu, wawasan serta waktunya untuk mendidik dengan ikhlas.
9. Pak Sunar, Pak Yanto dan Pak Kus sebagai laboran di Departemen Kimia Farmasi Universitas Airlangga yang telah memberikan waktu dan tenaganya untuk turut membantu dalam penyelesaian skripsi di laboratorium.
10. Muhammad Wahid Anshori dan Siti Sutikhat selaku orang tua, serta M. Nashrul Mu'afa dan Upit Rahmania selaku kakak, yang telah berjasa dalam memberikan dukungan, motivasi dan kasih sayang berupa moral dan materiil untuk menempuh dan menyelesaikan pendidikan di Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.
11. Nur Farahin Hafiza dan M. Rahsyah Athariz selaku sepupu dan keponakan yang selalu menemani bermain dan berbagi cerita. Serta seluruh keluarga besar yang turut mendukung.

12. Teman-teman SMP yang selalu menemani hingga saat ini sebagai teman berbagi cerita dalam senang dan sedih sekaligus memberikan masukan dan semangat (Inna Musfirah, Siti Zumrotus, Indah Puspa, Ratna Litza, dan Ika Maulidatin)
13. Teman-teman perkuliahan, Ragilia Puspita selaku teman mengerjakan tugas, belajar selama kuliah, teman bercerita, hingga teman 24 jam selama penulisan skripsi ini dibuat. Safiinatunnajah N, Errina Damayanti, Devi Ayu, Azan Takwiman dan Achmad Aziz, teman yang berjasa selalu mengingatkan saya segalanya tentang kuliah mulai dari tugas dan lain-lain hingga teman makan selama di kampus maupun di luar kampus. Teman penelitian skripsi, Adinda Adelia yang sangat suka bercerita dan menghibur serta Kholidah Febriani yang sering membantu menjelaskan materi yang kurang saya fahami. Serta seluruh teman-teman kuliah saya di kelas A dan teman angkatan opium (2016).
14. Semua pihak yang telah mendukung dalam proses pengerjaan skripsi

Semoga Allah SWT memberikan balasan yang setimpal kepada pihak-pihak yang telah berjasa dalam memberikan dukungan dalam bentuk apapun. Kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan untuk skripsi ini yang masih terdapat kekurangan. Semoga skripsi yang telah dibuat ini bermanfaat bagi almamater, dunia kefarmasian serta kehidupan masyarakat.

Penulis

RINGKASAN

PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO TERHADAP PROFIL KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS PADA SINTESIS METIL *ORTO*-METOKSISINAMAT

Istna Nur 'Ainul Yaqin

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan senyawa turunan asam *orto*-hidroksisinamat secara sintesis, yaitu metil *orto*-metoksisinamat. Dilakukan metilasi pada material awal, yaitu asam *o*-hidroksisinamat dengan dimetil sulfat sebagai agen metilasi. Material awal dilarutkan dalam aseton dan digunakan pereaksi basa K_2CO_3 . Asam *o*-hidroksisinamat memiliki dua gugus OH pada strukturnya, yaitu pada gugus karboksilat dan fenolik. Dua gugus OH inilah yang merupakan target metilasi.

Sintesis dilakukan dengan memanfaatkan iradiasi gelombang mikro dari oven *microwave* pada tiga daya yang berbeda sebagai perbandingan, yaitu 120 Watt, 280 Watt dan 400 Watt. Dilakukan pengamatan profil KLT pada beberapa sampling setiap 30 detik hingga reaksi dikatakan sempurna. Untuk memastikan reaksi sudah sempurna, yaitu ketika telah dicapai noda tunggal yang berbeda dengan noda bahan awal dalam pelat KLT, dilakukan eluasi menggunakan tiga komponen eluen yang berbeda. Dengan

pengamatan secara visual serta analisis menggunakan densitometer, reaksi sempurna dengan daya 120 Watt, 280 Watt dan 400 Watt dicapai berturut-turut pada sampling ke 25, 12 dan 10 kali.

Untuk memastikan gugus fenol pada senyawa awal telah mengalami metilasi dilakukan pengujian menggunakan FeCl_3 dan menunjukkan hasil negatif. Dibandingkan dengan material awal, senyawa hasil metilasi memiliki nilai R_f yang lebih besar, hal ini menunjukkan bahwa senyawa hasil metilasi, dengan nilai R_f 0,74 lebih non polar dibandingkan dengan material awal yang memiliki nilai R_f 0,2.

Senyawa hasil sintesis dipisahkan dan diekstraksi menggunakan kloroform. Didapatkan senyawa hasil sintesis berupa zat cair berwarna kuning dan berbau harum. Selanjutnya dilakukan analisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis dan menunjukkan bahwa senyawa hasil metilasi memiliki panjang gelombang maksimum yang memiliki perbedaan hanya 2 nm (tidak bermakna) dengan senyawa awal. Hal itu menunjukkan bahwa tidak ada perubahan gugus kromofor maupun aoksokrom dari senyawa awal.

Analisis menggunakan spektrofotometri FT-IR menunjukkan adanya perbedaan gugus pada OH karboksilat dan fenolik. Dimana kedua gugus tersebut tidak ditemukan dalam senyawa hasil sintesis. Dalam senyawa hasil sintesis justru terukur adanya gugus ester dan eter pada bilangan gelombang $1714,46 \text{ cm}^{-1}$ dan $1170,51 \text{ cm}^{-1}$. Pita pada bilangan gelombang tersebut tidak

terdapat pada material awal. Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa awal telah mengalami metilasi.

Meskipun tidak dilakukan analisis menggunakan $^1\text{H-NMR}$, namun penelitian serupa telah dilakukan oleh Lis Suryani, 2005, menggunakan pemanasan konvensional dan Ekowati *et al*, 2019 menggunakan iradiasi gelombang mikro pada daya 200 Watt. Dalam penelitian tersebut dilakukan analisis $^1\text{H-NMR}$ dan memiliki kesimpulan bahwa metilasi asam *o*-hidroksisinat menjadi metil *orto*-metoksisinat berhasil. Sehingga senyawa hasil metilasi dalam penelitian ini adalah senyawa yang sama, yaitu metil *orto*-metoksisinat.

Dapat disimpulkan bahwa telah terbentuk senyawa hasil metilasi metil *orto*-metoksisinat. Dalam penelitian ini diketahui bahwa daya iradiasi gelombang mikro berpengaruh terhadap kecepatan reaksi. Reaksi dengan waktu tercepat dicapai dengan daya 400 Watt.