

SKRIPSI

**PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO
PADA SINTESIS METIL (*E*)-3-(3,4-
DIMETOKSIFENIL)AKRILAT**



DIAN RETNO SAVITRI

**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
DEPARTEMEN ILMU KEFARMASIAN
SURABAYA**

2022

SKRIPSI

**PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO
PADA SINTESIS METIL (*E*)-3-(3,4-
DIMETOKSIFENIL)AKRILAT**



DIAN RETNO SAVITRI

**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
DEPARTEMEN ILMU KEFARMASIAN
SURABAYA
2022**

Lembar Pengesahan

**PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO
PADA SINTESIS METIL (*E*)-3-(3,4-
DIMETOKSIFENIL)AKRILAT**

SKRIPSI

**Dibuat Untuk Memenuhi Syarat
Mencapai Gelar Sarjana Farmasi Pada
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga**

2022

Oleh:

**Dian Retno Savitri
NIM: 051511133231**

**Skripsi ini telah disetujui
Tanggal 31 Juli 2022 oleh:**

Pembimbing Utama



Prof. Dr. Juni Ekowati, M.Si., Apt

NIP. 1967021992032002

Pembimbing Serta



Dr. apt. Suzana, M.Si.

NIP. 196509271992032002

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah,

Nama : Dian Retno Savitri

NIM : 051511133231

adalah mahasiswa Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga, menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Naskah Tugas Akhir/Skripsi yang saya tulis dengan judul:

Pengaruh Daya Iradiasi Gelombang Mikro pada Sintesis Metil (E)-3-(3,4-Dimetoksifenil)Akrilat

adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. 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 dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Surabaya, 31 Juli 2022

Yang membuat pernyataan,



Dian Retno Savitri

NIM. 051511133231

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah,

Nama : Dian Retno Savitri

NIM : 051511133231

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

Pengaruh Daya Iradiasi Gelombang Mikro pada Sintesis Metil (E)-3-(3,4-Dimetoksifenil)Akrilat

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, 31 Juli 2022

Yang membuat pernyataan,

A handwritten signature in black ink is written over a red circular library stamp. The stamp contains the text 'MILITARY' and 'TERMINAL' and a barcode-like number 'BGA JK000218081'.

Dian Retno Savitri

NIM. 051511133231

KATA PENGANTAR

Puji syukur peneliti panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa Karena dengan rahmat, karunia serta hidayah-Nya maka peneliti dapat menyelesaikan skripsi berjudul:

“PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS METIL
(*E*)-3-(3,4-DIMETOKSIFENIL)AKRILAT”

Peneliti juga tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada beberapa pihak yang telah mendukung peneliti hingga dapat menyelesaikan skripsi ini. Peneliti sangat berterima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Mohammad Nasih, S.E., M.T., Ak., sebagai rektor Universitas Airlangga. Terima kasih karena telah memberikan sarana dan prasana yang nyaman.
2. Prof. Apt. Junaidi Khotib, S. Si., M. Kes., Ph.D., sebagai dekan fakultas farmasi. Terima kasih telah membantu dalam menyelesaikan penelitian ini.
3. Dr. Juni Ekowati, M.Si., Apt. sebagai dosen pembimbing utama yang telah menerima peneliti sebagai anak bimbingnya. Serta telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan selalu mendukung, membimbing peneliti hingga dapat menyelesaikan penelitian ini.
4. Dr. Suzana, MS., Apt. sebagai dosen pembimbing serta. Terima kasih karena telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, serta membimbing peneliti dalam mengerjakan penelitian ini.
5. Prof. Dr. Amirudin Prawita, MS. Apt. dan Melanny Ika Sulistyowati, S.Farm.,M.Sc.,Apt sebagai dosen penguji yang telah memberikan saran dan kritikan yang bermanfaat dalam penelitian ini
6. Mareta Rindang Andarsari, S.Farm.,Apt sebagai dosen wali. Terima kasih karena telah membimbing peneliti selama belajar di Universitas Airlangga.
7. Keluarga yang telah memberikan dukungan dan motivasi selama hidup ini.
8. Teman-teman angkatan seperjuangan yang sedang menjalani semester akhir bersama. Terima kasih atas dukungannya.
9. Teman – teman skripsi yang telah bersama-sama menemani selama berkeja di laboratorium.

10. Serta seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu – persatu dan telah memberikan doa, dukungan, bantuk dalam menyusun skripsi ini.

Akhir kata, semoga Allah SWT melimpahkan kebaikan atas segala bantuan dan dukungan dari Bapak, Ibu, dan teman – teman sekalian.

Surabaya, 31 Juli 2022

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Dian Retno S.', with a stylized, cursive script.

Penulis

RINGKASAN

PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS METIL (*E*)-3-(3,4-DIMETOKSIFENIL)AKRILAT

Dian Retno Savitri

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis metil (*E*)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat melalui reaksi substitusi nukleofilik biomolekuler dan substitusi gugus asil asam ferulat. Tujuan penelitian ini adalah untuk memperoleh senyawa metil (*E*)-3-(3,4-dimetoksifenil) akrilat dari senyawa awal asam ferulat dengan menggunakan gelombang mikro, mengetahui perbedaan sifat fisikokimia antara metil (*E*)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat dengan asam ferulat, dan membuktikan adanya pengaruh iradiasi gelombang mikro dengan kecepatan reaksi pembentukan metil (*E*)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat.

Reaksi sintesis senyawa metil (*E*)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat menggunakan kalium karbonat sebagai pembasa dan dimetil sulfat sebagai agen metilasi. Selain itu, reaksi ini menggunakan metode iradiasi gelombang mikro dan digunakan tiga daya, yaitu 200 Watt, 400 Watt, dan 800 Watt.

Reaksi pada ketiga daya ini telah terbukti menghasilkan target yang ditandai dengan adanya noda tunggal baru pada pelat KLT (Eluen heksana:etil asetat = 3:2). Pada daya 400 Watt reaksi berlangsung paling cepat dibandingkan dengan 200 Watt dan 800 Watt.

Pada tahap selanjutnya dilakukan pemisahan menggunakan kloroform dan dilakukan penguapan hingga mendapatkan kristal putih transparan yang memiliki aroma harum. Aroma dari senyawa hasil metilasi ini berbeda dengan senyawa ferulat yang memiliki aroma menyengat.

Untuk memastikan bahwa senyawa yang didapatkan murni, dilakukan eluasi dengan pelat KLT menggunakan tiga eluen yang berbeda dan menghasilkan noda tunggal. Selain itu, di uji menggunakan FeCl_3 didapatkan warna yang tetap (tetap kuning) yang menandakan bahwa OH fenolik sudah menjadi eter. Kemudian dilakukan

perhitungan persentase hasil. Dari perhitungan tersebut didapatkan bahwa rata – rata persentase hasil pada daya 400 Watt memiliki hasil paling besar yaitu 67,50%. Sedangkan pada daya 200 Watt didapatkan 66,42%, dan pada 800 Watt didapatkan 59,40%.

Selanjutnya, dilakukan identifikasi senyawa menggunakan spektrofotometri FT-IR dan Spektrofotometri ^1H -NMR. Pada hasil spektra FT-IR didapatkan serapan pada 1690 cm^{-1} yang manandakan bahwa ada gugus baru yang terbentuk, yaitu gugus ester. Selain itu, pada spektra ^1H -NMR didapatkan pergeseran kimia baru pada 3,70 ppm yang menunjukkan pergeseran dari proton gugus ester, dan 3,82 ppm adalah pergeseran dari gugus eter. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa senyawa metil (*E*)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat telah terbentuk.

ABSTRACT

PENGARUH DAYA IRADIASI GELOMBANG MIKRO PADA SINTESIS METIL (*E*)-3-(3,4-DIMETOKSIFENIL)AKRILAT

Dian Retno Savitri

Methyl (*E*)-3-(3,4-dimethoxyphenyl)acrylate was synthesized from ferulic acid with potassium carbonate and dimethyl sulfate as methylation agent. This reaction was accelerated with microwave power. The purpose of this study to prove about influence between power and reaction rate formation of methyl (*E*)-3-(3,4-dimethoxyphenyl)acrylate. This reaction was conducted by using oven microwave at 200, 400, and 800 Watt. The result show that 400 Watt was the fastest among the others. It has to react for 25 x 30 second to get one stain at TLC plate. But for 200 Watt, it has to react for 29 x 30 second, and 30 x 30 second for 800 Watt to get one stain. Identification of the compound used FT-IR, and ¹H-NMR Spectroscopy. The FT-IR spectra showed absorbance of ester at 1690 cm⁻¹. And, for ¹H-NMR spectra, there was some chemical shift at 3,70 with singlet multiplicity and 3,82 with doublet multiplicities. 3,70 show that ester has formed, and for 3,82 show that ether has formed.

Keywords: Methyl (*E*)-3-(3,4-dimethoxyphenyl)acrylate, ferulic acid, microwave irradiation, potassium carbonate

DAFTAR ISI

	Halaman
Lembar Pengesahan	i
KATA PENGANTAR	iv
RINGKASAN	vi
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	Error! Bookmark not defined.
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan tentang Asam Ferulat	6
2.2 Tinjauan tentang Bahan yang Digunakan	7
2.2.1 Kalium Karbonat (K_2CO_3)	7
2.2.2 Dimetil Sulfat	7
2.3 Tinjauan tentang Reaksi yang terjadi pada Proses Sintesis	8
2.3.1 Tinjauan tentang Sintesis Eter Williamson	8
2.3.2 Tinjauan tentang Reaksi Substitusi Nukleofilik Bimolekuler (SN_2)	9
2.3.3 Tinjauan tentang Reaksi Esterifikasi	10
2.3.4 Tinjauan tentang Irradiasi Gelombang Mikro (<i>Microwave</i>)	11
2.4 Tinjauan tentang Metode Pemisahan	12
2.4.1 Tinjauan tentang Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	12

2.5	Tinjauan tentang Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis	13
2.5.1.	Spektroskopi Inframerah (IR).....	13
2.5.2.	Spektroskopi ¹ H-NMR.....	15
BAB III KERANGKA KONSEPTUAL		18
3.1	Uraian Kerangka Konseptual	18
3.2	Kerangka Konseptual	19
3.3	Hipotesis Penelitian.....	20
BAB IV METODE PENELITIAN		21
4.1.	Alat dan Bahan yang Digunakan.....	21
4.1.1	Alat.....	21
4.1.2	Bahan	21
4.2.	Kerangka Konseptual	22
4.2.1.	Tahap Sintesis	22
4.2.2.	Tahap Pemisahan dan Kemurnian	22
4.3.	Prosedur Kerja.....	23
4.3.1	Tahap Sintesis	23
4.3.2	Uji Pemantauan.....	23
4.3.3	Tahap Pemisahan	24
4.3.4	Uji Kemurnian	24
4.3.5	Identifikasi Senyawa Hasil Reaksi	25
BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN		26
5.1	Pemeriksaan Organoleptis.....	26
5.2	Proses Sintesis	26
5.3	Hasil Pemantauan Kesempurnaan Reaksi	27
5.4	Hasil Pemisahan Senyawa.....	31
5.5	Persentase Hasil Sintesis	33
5.6	Analisis Senyawa Menggunakan Spektrofotometri FT-IR	35

5.7	Analisis Senyawa Menggunakan Spektrofotometri ^1H -NMR	36
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN		40
1.1	Kesimpulan	40
1.2	Saran.....	40
DAFTAR PUSTAKA		42
LAMPIRAN.....		Error! Bookmark not defined.

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
II. 1 Karakteristik absorban IR dari beberapa gugus fungsional	15
II. 2 Karakteristik Pergeseran Kimia dari beberapa gugus fungsi	17
V. 1 Hasil Pemeriksaan Organoleptis.....	26
V. 2 Hasil Pemantauan Kesempurnaan Reaksi Sintesis Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat pada daya 200 watt secara visual	28
V. 3 Hasil Pemantauan Kesempurnaan Reaksi Sintesis Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat pada daya 400 watt secara visual	29
V. 4 Hasil Pemantauan Kesempurnaan Reaksi Sintesis Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat pada daya 800 watt secara visual	30
V. 5 Persentase Hasil Sintesis Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat	33
V. 6 Interpretasi Bilangan Gelombang pada Spektra Senyawa Hasil Sintesis Menggunakan Spektrofotometri FT-IR	35
V. 7 Interpretasi Data Spektra ¹ H-NMR.....	38

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2. 1 Struktur Asam Ferulat.....	6
2. 2 Mekanisme reaksi sintesis eter Williamson.....	8
2. 3 Mekanisme reaksi fenol pada sintesis eter Williamson	8
2. 4 Representasi skema orbital yang terlibat dalam reaksi SN ₂	9
2. 5 Mekanisme reaksi SN ₂	10
2. 6 <i>chamber</i> dengan kertas saring dan pelat KLT	12
2. 7 (a) pelat KLT dengan sampel (b) pelat KLT dan sampel setelah dieluasi.....	13
2. 8 Daerah inframerah dan daerah yang berdekatan dari spektrum elektromagnetik....	14
2. 9 Grafik spektrum NMR	16
2. 10 Pembagian wilayah di daerah spektrum ¹ H NMR	16
3. 1 Kerangka Konseptual.....	19
4. 1 Skema Tahap Sintesis Senyawa Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat.....	22
4. 2 Skema tahap pemisahan dan uji kemurnian.....	23
5. 1 Hasil Pemantauan Kesempurnaan Reaksi Sintesis Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat pada daya 200 watt secara visual.....	27
5. 2 Kristal Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat.....	32
5. 3 Hasil pengujian menggunakan FeCl ₃	33
5. 4 Grafik dari Rata-Rata Persentase Hasil Senyawa Hasil Metilasi	34
5. 5 Spektra IR dari Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat	35
5. 6 Struktur Senyawa Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat	36
5. 7 Spektra ¹ H-NMR dari Metil (<i>E</i>)-3-(3,4-dimetoksifenil)akrilat.....	37