

Optimasi konsentrasi katalis Natrium Hidroksida pada sintesis 2,5-bis((E)-3,4-dimetoksibenziliden)siklopentan-1-on

Wahyu Tjakraningtyas dan Cornelia Budimarwanti

Universitas Negeri Yogyakarta, Indonesia

email: cornelia_budimarwanti@uny.ac.id

Abstrak: Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk sintesis senyawa 2,5-bis((E)-3,4-dimetoksibenziliden)siklopentan-1-on dengan variasi mol katalis NaOH serta mengetahui rendemen senyawa (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden) siklopentanon yang telah disintesis. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan siklopentanon sebanyak 5 mmol dan veratraldehida sebanyak 10 mmol menggunakan katalis NaOH dengan variasi 5, 10, 15, dan 20 mmol dan pelarut etanol. Proses sintesis berjalan melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt menggunakan metode *microwave assisted organic synthesis* selama 60 detik. Hasil sintesis yang diperoleh kemudian dilakukan karakterisasi melalui KLT dan KLT *scanner*, FTIR, dan ¹H-NMR. Hasil penelitian diperoleh senyawa berbentuk serbuk kuning dan hasil karakterisasi menunjukkan bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa target (2 E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden) siklopentanon. Rendemen senyawa (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden) siklopentanon yang dihasilkan oleh variasi mol katalis NaOH 5, 10, 15, dan 20 mmol secara berturut-turut yaitu 71,75%; 60,44%; 118,42%; dan 113,54%. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa katalis NaOH berpengaruh terhadap rendemen hasil sintesis.

Kata Kunci: 2,5-bis((E)-3,4-dimetoksibenziliden)siklopentan-1-on, kondensasi Claisen-schmidt, metode MAOS

Optimization of Sodium Hydroxide catalyst concentration in the synthesis of 2,5-bis((E)-3,4-dimethoxybenzylidene)cyclopentan-1-one

Abstract: This study aimed to synthesize the compound 2,5-bis((E)-3,4-dimethoxybenzylidene) cyclopentan-1-one with varying molar quantities of NaOH catalyst and to determine the yield of the synthesized (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimethoxybenzylidene) cyclopentanone. The synthesis was carried out by reacting 5 mmol of cyclopentanone and 10 mmol of veratraldehyde using NaOH catalyst in amounts of 5, 10, 15, and 20 mmol, with ethanol as the solvent. The synthesis process involved Claisen-Schmidt condensation via microwave-assisted organic synthesis for 60 seconds. The synthesized products were characterized using TLC and TLC scanner, FTIR, and ¹H-NMR. The results revealed that the synthesized compound was a yellow powder, and the characterization confirmed it as the target compound, (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimethoxybenzylidene) cyclopentanone. The yields of (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimethoxybenzylidene) cyclopentanone obtained with NaOH catalyst amounts of 5, 10, 15, and 20 mmol were 71.75%, 60.44%, 118.42%, and 113.54%, respectively. These findings indicate that the amount of NaOH catalyst significantly affects the yield of the synthesis.

Keywords: (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimethoxybenzylidene)cyclopentanone, Claisen-schmidt condensation, MAOS method

PENDAHULUAN

Kurkumin merupakan senyawa polifenol alami. Senyawa kurkumin dapat ditemukan pada rimpang kunyit (*Curcuma longa* L.), dengan nama sistematik 1,7-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,6-heptadien-3,5-dion. Kurkumin merupakan senyawa aromatik yang sudah sangat lama menjadi obat tradisional yang digunakan masyarakat karena memiliki banyak manfaat kesehatan dan agen penyembuh yang potensial. Kurkumin memiliki kestabilan yang rendah serta sifat metabolisme yang buruk. Hal ini dapat terjadi karena gugus β -diketon dalam struktur kurkumin mudah terhidrolisis. Modifikasi struktur kurkumin dapat dilakukan dengan mengubah gugus β -diketon tersebut menjadi monoketon. Senyawa analog kurkumin monoketon sendiri diketahui memiliki sifat farmakokinetik dan kestabilan yang lebih baik (Liang *et al.*, 2009).

Sintesis senyawa kimia beberapa tahun belakangan ini marak dilakukan dengan mengaplikasikan konsep kimia hijau. Kimia hijau atau *green chemistry* merupakan sebuah konsep yang mengolah bahan mentah secara efisien, mengurangi potensi limbah yang terbentuk, serta menghindari penggunaan reagen dan pelarut yang beracun maupun berbahaya baik dalam proses produksi maupun aplikasi produk kimia (Sheldon, 2012). Salah satu metode sintesis yang mengaplikasikan konsep kimia hijau yaitu metode MAOS atau *microwave-assisted organic synthesis*. Metode MAOS merupakan metode sintesis senyawa organik yang memanfaatkan panas dari radiasi gelombang mikro sehingga suatu reaksi dapat berjalan. Secara umum, metode ini didasarkan pada kemampuan suatu campuran dalam mengabsorpsi gelombang mikro dengan memanfaatkan fenomena panas dielektrik *microwave*. Pemanasan yang terjadi secara cepat pada metode ini menyebabkan energi yang dikonsumsi lebih rendah dibandingkan dengan metode lainnya (Moseley & Kappe, 2011).

Senyawa (2*E*,5*E*)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon merupakan salah satu senyawa analog kurkumin monoketon. Senyawa ini dapat disintesis melalui reaksi Claisen-Schmidt melalui bahan dasar veratraldehida dan siklopentanon dengan metode MAOS. Melalui penelitian yang dilakukan Budimarwanti dan Handayani (2010) dalam mensintesis senyawa 2-hidroksikalkon, sintesis senyawa dengan reaksi kondensasi Claisen-Schmidt akan lebih efektif apabila menggunakan katalis basa dibandingkan dengan penggunaan katalis asam. Hal tersebut dapat terjadi karena C=O karbonil merupakan gugus penarik elektron sehingga atom hidrogen pada posisi α memiliki kerapatan elektron yang rendah. Melalui hal tersebut maka atom hidrogen- α lebih mudah terlepas dan memiliki sifat asam sehingga pembentukan ion enolat dari penggunaan katalis basa akan bersifat stabil (Wade, Jr., 2012). Selain jenis katalis yang digunakan, variasi mol katalis yang digunakan pun akan sangat mempengaruhi rendemen senyawa yang dihasilkan. Hal tersebut dibuktikan melalui penelitian yang dilakukan oleh Wiratama dan Budimarwanti (2019) mengenai sintesis senyawa 1,3-bis-(4'-dimetilaminobenzilidin)aseton menggunakan metode MAOS. Proses sintesis dilakukan dengan memvariasikan mol katalis NaOH yang digunakan yaitu dengan variasi 2,5; 5; 7,5; 10; dan 12,5 mmol. Melalui proses sintesis yang dilakukan diperoleh hasil rendemen paling besar dihasilkan pada penggunaan katalis 10 mmol yaitu sebesar 98,676%.

Senyawa (2*E*,5*E*)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenzilidin)siklopentanon sudah pernah disintesis sebelumnya melalui penelitian yang dilakukan oleh Anisa *et al.* (2020) menggunakan bahan siklopentanon dan veratraldehida dengan rasio 5:11. Sintesis dilakukan dengan metode *ultrasound* dan katalis KOH. Kemudian diperoleh rendemen sebesar 85,71%. Penggunaan metode *ultrasound* atau sonokimia memiliki efektivitas yang lebih rendah apabila dibandingkan

dengan metode MAOS. Hal tersebut didasarkan pada penelitian yang dilakukan oleh Pambudi (2013) pada proses sintesis senyawa 2-hidroksikalkon menggunakan katalis NaOH. Dilaporkan bahwa penggunaan metode konvensional, MAOS, dan sonokimia memberikan hasil rendemen secara berturut-turut sebesar 10,37%, 40,35%, dan 31,2%. Namun demikian, variasi konsentrasi katalis NaOH pada sintesis 2,5-bis((E)-3,4-dimetoksibenziliden)siklopentan-1-on menggunakan metode MAOS belum pernah dilakukan. Oleh karena itu tujuan penelitian ini adalah untuk melakukan sintesis senyawa (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon dengan variasi mol katalis basa NaOH pada 5, 10, 15 dan 20 mmol menggunakan metode MAOS.

METODE

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu spektrometer ¹H-NMR, spektrofotometer FTIR, KLT *scanner*, *microwave oven*, *chamber* KLT, lampu UV, penyaring buchner, neraca analitik, krus, lampu spiritus, alat-alat gelas, ball pipet, dan pipa kapiler. Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu veratraldehida, siklopentanon, NaOH, etanol, kloroform, *n*-heksana, akuades, plat KLT silika gel GF₂₅₄, serta kertas saring,

Sintesis senyawa analog kurkumin sintensi (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenzilidin)siklopentanon dilakukan dengan menggunakan metode MAOS antara siklopentanon dan veratraldehida. Sebanyak 5 mmol katalis NaOH dilarutkan dengan etanol sebanyak 4 mL pada krus, dan ditambahkan 5 mmol siklopentanon dan 10 mmol veratraldehida ke dalam krus berisi katalis tersebut. Campuran kemudian diaduk hingga bersifat homogen. Krus berisi campuran yang sudah ditutup aluminium foil dimasukkan ke dalam *microwave* selama 60 detik. Sintesis diulangi untuk variasi mol katalis NaOH 10, 15, dan 20 mmol. Hasil sintesis didinginkan pada suhu ruang kemudian dilakukan analisis KLT dan KLT *scanner* untuk mengetahui produk sintesis dengan kemurnian tertinggi. Produk sintesis dengan kemurnian tertinggi dilanjutkan dengan proses rekristalisasi menggunakan etanol panas. Setelah melalui proses rekristalisasi, endapan dikeringkan kemudian ditimbang. Selanjutnya dilakukan identifikasi dengan menggunakan kromatografi lapis tipis. Produk hasil rekristalisasi dilanjutkan dengan identifikasi menggunakan spektroskopi FTIR dan ¹H-NMR.

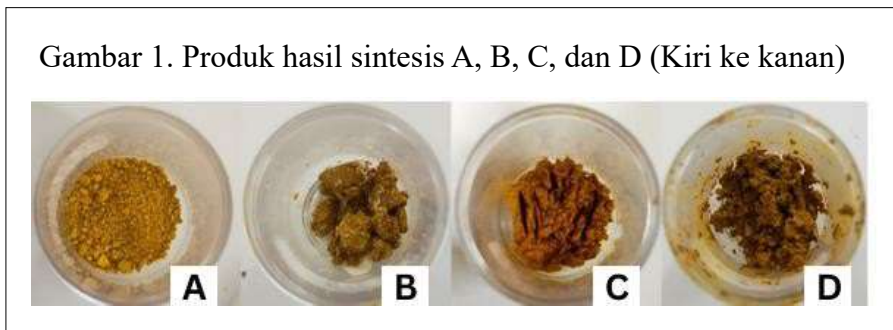
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis senyawa (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenzilidin)siklopentanon dilakukan melalui reaksi kondensasi Claisen-schmidt menggunakan metode MAOS dengan bahan awal berupa veratraldehida dan siklopentanon dilakukan dalam suasana basa. Sintesis dilakukan dengan menggunakan bahan awal siklopentanon dan veratraldehida yang digunakan secara berturut-turut yaitu sebesar 5 dan 10 mmol. Sementara itu suasana basa dibangun dengan menggunakan variasi mol katalis basa NaOH 5, 10, 15, dan 20 mmol. Melalui proses sintesis yang dilakukan diperoleh produk sintesis seperti yang terdapat pada Gambar 1 dengan data karakteristik yang terdapat pada Tabel 1.

Melalui perhitungan rendemen dapat dilihat bahwa rendemen terbanyak dihasilkan oleh penggunaan katalis NaOH sebanyak 15 mmol. Selain itu dapat diamati bahwa produk C dan D memiliki rendemen yang mencapai lebih dari 100%. Hal tersebut dapat terjadi akibat keberadaan katalis basa NaOH pada keempat produk hasil sintesis.

Karakterisasi KLT dan KLT *scanner* pada sintesis senyawa organik dilakukan untuk mengetahui keberhasilan proses sintesis, mengetahui kemurnian produk serta proses identifikasi

Gambar 1. Produk hasil sintesis A, B, C, dan D (Kiri ke kanan)



Tabel 1
Karakteristik produk hasil sintesis

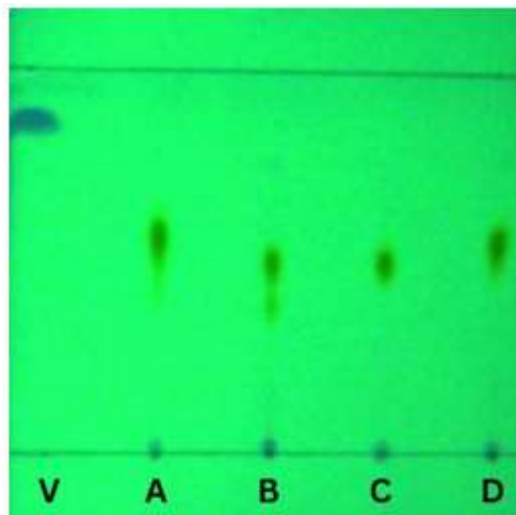
Nama variasi	Variasi mol NaOH	Warna	Berat (gram)	Rf	Kemurnian (%)	Rendemen (%)
A	5	Kuning	1,40	0,58	97,37	71,75
B	10	Coklat kekuningan	1,65	0,51	69,6	60,44
C	15	Kuning kecoklatan	2,25	0,51	100	118,42
D	20	Coklat kekuningan	2,38	0,56	90,64	113,54

senyawa organik (Kumar *et al.*, 2013). Proses KLT dilakukan antara produk sintesis A, B, C, dan D dengan bahan awal veratraldehida menggunakan eluen campuran n-heksana dan klorofom dengan perbandingan 1:4. Plat KLT yang diperoleh kemudian dilakukan penyinaran dengan sinar UVC. Plat KLT dibawah sinar UVC diperoleh seperti pada Gambar 2.

Analisis dilanjutkan dengan KLT *scanner*. Hasil analisis KLT *scanner* yang dilakukan diketahui bahwa secara keseluruhan diperoleh 5 komponen dengan rata-rata nilai Rf yang berbeda-beda. Bele dan Khale (2011) menjelaskan bahwa Rf yang dimiliki setiap komponen bersifat spesifik sehingga Rf yang dimiliki produk sintesis akan berbeda dengan Rf yang dimiliki bahan awal. Hasil analisis terhadap bahan awal veratraldehida ditemukan bahwa hanya terdapat satu komponen yang merupakan komponen 4 pada Rf 0,88 dengan kemurnian yang mencapai 100%. Kemudian untuk totalan kedua yang merupakan produk A ditemukan terdapat 2 komponen dengan kemurnian tertinggi dimiliki komponen 3 pada Rf 0,58 sebesar 97,37%. Selanjutnya untuk totalan ketiga yaitu produk B ditemukan sebanyak 4 komponen dengan kemurnian tinggi dimiliki oleh komponen 3 dengan Rf 0,51 yaitu sebanyak 69,60%. Totalan keempat yang merupakan produk C hanya ditemukan satu komponen yaitu komponen 3 dengan kemurnian mencapai 100% pada Rf 0,51. Kemudian totalan yang terakhir yaitu produk D ditemukan sebanyak 4 komponen dengan kemurnian tertinggi pada komponen 3 dengan Rf 0,56 sebanyak 90,64%. Produk C dan D memiliki rendemen lebih dari 100%, hal ini kemungkinan karena pengukuran bahan kurang akurat (Novak, 2020). Data yang diperoleh melalui KLT scanner menunjukkan bahwa bahan awal sudah tidak dapat ditemukan pada produk sintesis serta senyawa hasil sintesis sudah terbentuk.

Proses rekristalisasi dilakukan terhadap produk hasil sintesis C karena memiliki kemurnian yang paling tinggi diantara produk variasi lainnya. Rekristalisasi dilakukan dengan

Gambar 2. Hasil KLT produk sintesis dan bahan awal veratraldehida



Keterangan:

V = Bahan awal veratraldehida

A = Produk sintesis variasi 5 mmol katalis NaOH

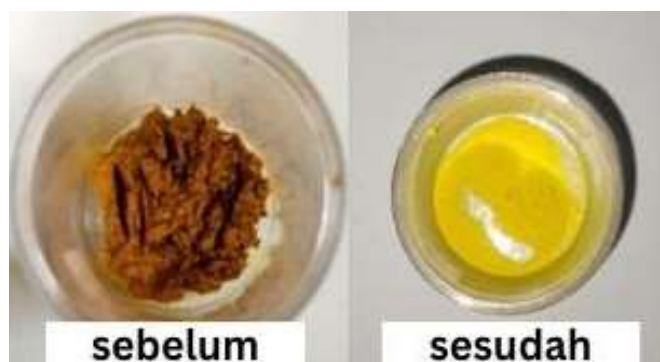
B = Produk sintesis variasi 10 mmol katalis NaOH

C = Produk sintesis variasi 15 mmol katalis NaOH

D = Produk sintesis variasi 20 mmol katalis NaOH

menggunakan pelarut etanol. Pelarut tersebut dipilih setelah melalui *trial and error* dan merupakan pelarut yang paling banyak melarutkan pada kondisi panasnya. Melalui proses rekristalisasi produk sintesis C menghasilkan perbedaan bentuk fisik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.

Gambar 3. Perbandingan produk C sebelum dan sesudah rekristalisasi



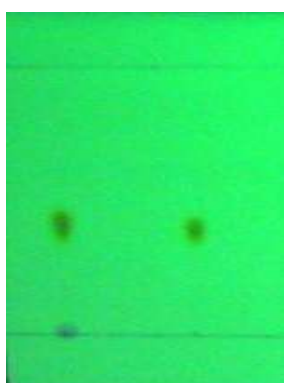
Produk C yang semula berupa padatan dengan warna kuning kecoklatan menjadi serbuk berwarna kuning. Bentuk dan warna produk C setelah rekristalisasi sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Anisa *et al.* (2020). Perubahan tersebut dapat mengindikasikan bahwa pengotor pada produk sudah berkurang. Produk C setelah rekristalisasi kemudian dilanjutkan dengan proses analisis KLT menggunakan eluen campuran *n*-heksana dan kloroform dengan perbandingan 1:4. Hasil KLT produk sebelum dan sesudah rekristalisasi terdapat pada Gambar 4. Melalui KLT diketahui bahwa noda yang terbentuk pada produk sesudah rekristalisasi memiliki *R_f* yang sama dengan noda yang terdapat pada produk sebelum rekristalisasi. Hasil analisis menunjukkan bahwa noda yang terbentuk pada produk sesudah rekristalisasi memiliki *R_f* yang sama dengan noda yang terdapat pada produk sebelum rekristalisasi.

Produk sintesis C setelah rekristalisasi dilanjutkan dengan analisis FTIR dengan tujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang dimiliki senyawa hasil sintesis. Melalui analisis spektroskopi FTIR diperoleh spektrum seperti yang terdapat pada Gambar 5.

Spektrum yang diperoleh kemudian dilakukan analisis dan dibandingkan dengan senyawa pembanding yang dilakukan oleh Anisa *et al.* (2020) serta dengan bahan awal veratraldehida dan siklopentanon yang diperoleh melalui *Spectral Database of Organic Compounds* atau SDBS (*National Institute of Advanced Industrial Science and Technology*, 1999). Perbandingan analisis spektrum FTIR produk sintesis dengan senyawa pembanding dan bahan awal disajikan pada Tabel 2.

Melalui spektrum FTIR yang dihasilkan serta perbandingannya dengan penelitian yang dilakukan sebelumnya terdapat beberapa gugus fungsi yang teramati serta sesuai dengan analisis spektrum FTIR senyawa pembanding. Melalui perbandingan tersebut, dapat dipastikan bahwa produk sintesis sudah terbentuk. Hal tersebut ditandai dengan adanya gugus fungsi C=C alkena yang terbentuk melalui kondensasi Claisen-Schmidt antara dua bahan awal. Selain itu keberadaan sinyal alkena *trans* dapat menunjukkan bahwa pada senyawa

Gambar 4. KLT produk C sebelum dan sesudah rekristalisasi



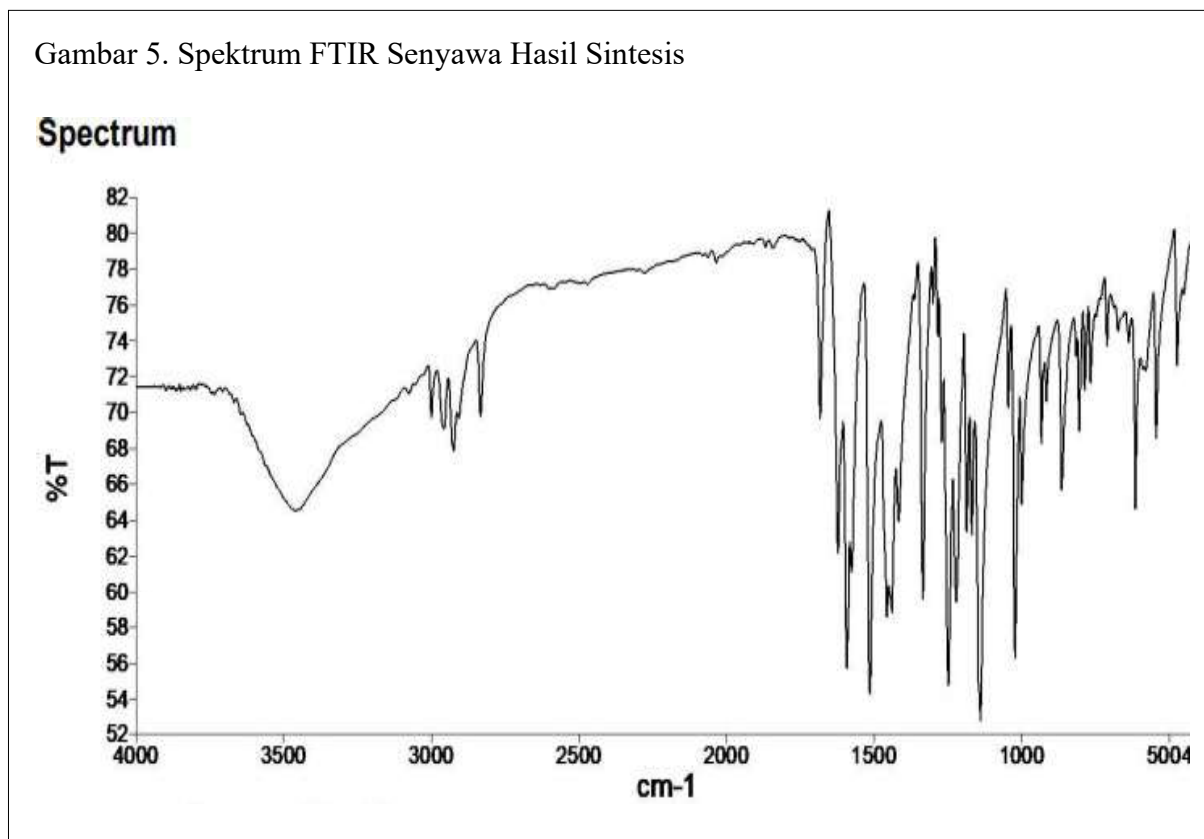
C E

Keterangan:

C = Produk sintesis variasi katalis 15 mmol sebelum rekristalisasi

E = Produk sintesis variasi katalis 15 mmol sesudah rekristalisasi

Gambar 5. Spektrum FTIR Senyawa Hasil Sintesis



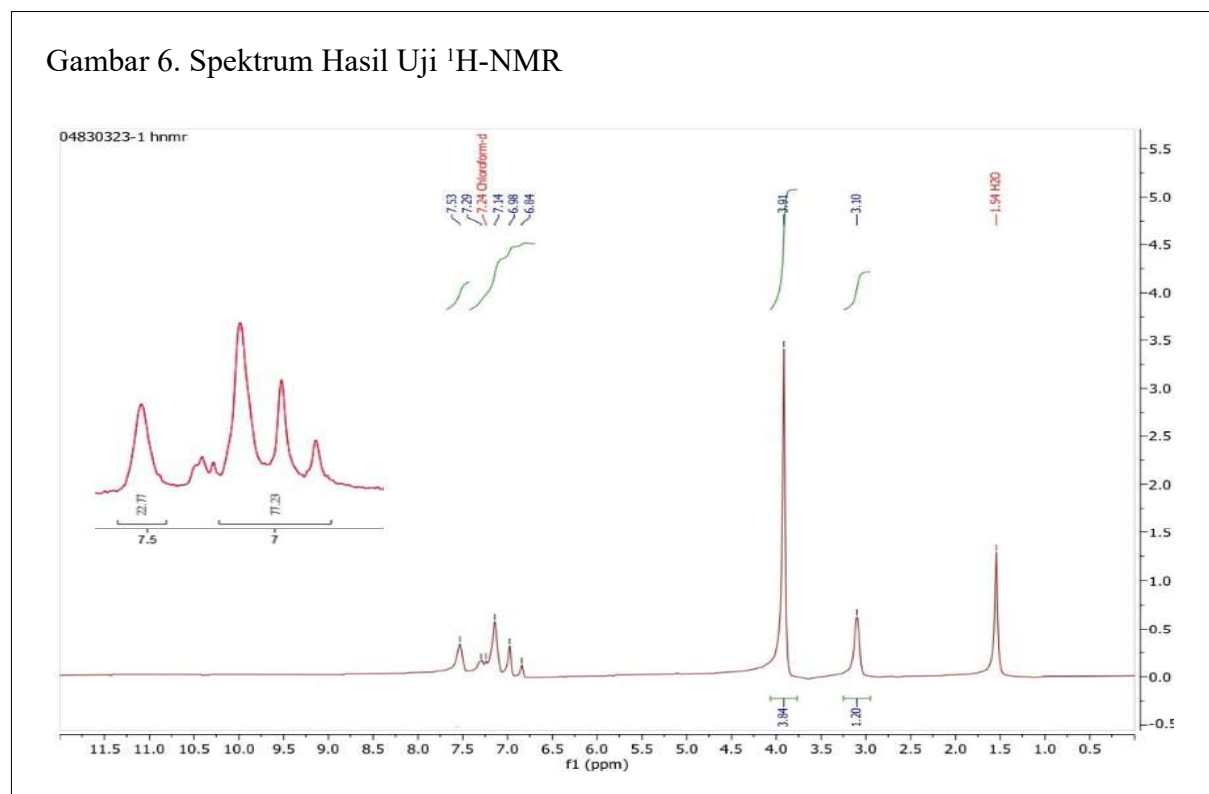
Tabel 2
Perbandingan analisis spektrum FTIR

Hasil percobaan	Panjang gelombang (cm ⁻¹)				Gugus fungsi
	Pembanding	Veratraldehida	Siklopentanon		
2925,80 dan 2834,64	2931	2942	2966		C-H sp ³ stretch
1682,67	1681	1683	1747		C=O keton
1622,09	-	-	-		C=C alkena
1591,89 dan 1514,13	1589 dan 1512	1587 dan 1514	-		C=C aromatik
1456,43	1419	-	1408		CH ₂
1247,64 dan 1138,83	1249 dan 1141	1269 dan 1022	-		C-O
998,95	941	-	-		C=C alkena trans

yang disintesis gugus fungsi C=C alkena merupakan *entgegen* (*E*). Sementara itu C=C alkena merupakan *zusammen* (*Z*) apabila ditemukan serapan C=C alkena *cis* pada bilangan gelombang 700 cm⁻¹. Pada spektrum yang diperoleh, serapan C=C alkena *cis* tidak teramati sehingga produk yang dianalisis bukan termasuk *zusammen*.

Karakterisasi menggunakan ¹H-NMR dilakukan untuk memperoleh informasi mengenai multiplisitas dan pergeseran kimia dari proton yang terdapat pada struktur senyawa sehingga dapat diketahui lingkungan dari proton yang teridentifikasi tersebut. Karakterisasi dilakukan dengan instrumen ¹H-NMR dengan frekuensi 60 MHz dengan menggunakan pelarut

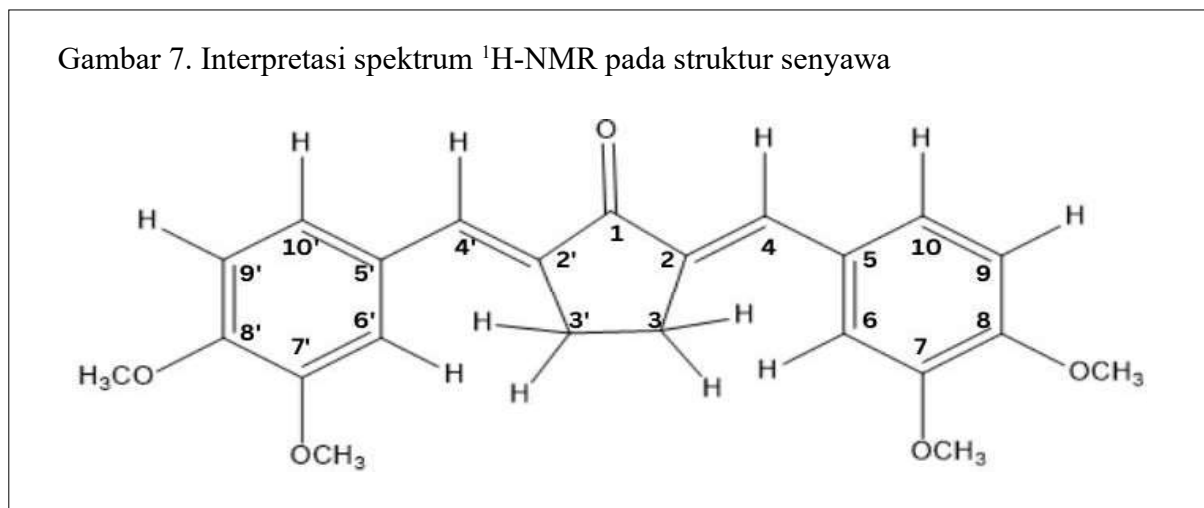
kloroform-d. Melalui analisis dengan $^1\text{H-NMR}$ diperoleh spektrum seperti yang terdapat pada Gambar 6 Spektrum yang diperoleh kemudian dilakukan analisis. Selain melalui instrumen, analisis $^1\text{H-NMR}$ dapat dilakukan secara teoritis melalui aplikasi Chemdraw. Sinyal-sinyal yang teridentifikasi melalui instrumen $^1\text{H-NMR}$ dibandingkan dengan analisis $^1\text{H-NMR}$ melalui aplikasi Chemdraw untuk mendukung kesesuaian analisis yang dilakukan. Perbandingan analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ serta interpretasi terhadap struktur senyawa ditunjukkan pada Tabel 3 dan Gambar 7.



Tabel 3
Analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$

Spektrum $^1\text{H-NMR}$			Spektrum $^1\text{H-NMR}$ Chemdraw			Perkiraan proton
Posisi proton	δH (ppm)	ΣH , Multiplisitas	Posisi Proton	δH (ppm)	ΣH , Multiplisitas	
3	3,10	1H, singlet	3	3,02	2H, singlet	$-\text{CH}_2-$
4	7,53	1H, singlet	4	7,37	1H, singlet	C-H alkena
6	7,14	1H, singlet	6	7,23	1H, singlet	C=C aromatik
9 dan 10	6,98	2H, double doublet	9	7,16	1H, doublet	
			10	7,30	1H, doublet	
7, dan 8	3,91	4H, singlet	7	3,85	3H, singlet	$-\text{OCH}_3$
			8	3,83	3H, singlet	

Gambar 7. Interpretasi spektrum $^1\text{H-NMR}$ pada struktur senyawa



Sinyal-sinyal yang teridentifikasi tersebut diinterpretasikan hanya pada satu sisi senyawa target. Hal ini dikarenakan struktur senyawa target yang simetris sehingga proton pada satu sisi senyawa akan memiliki karakteristik yang sama dengan proton pada sisi yang lainnya. Sinyal pertama ditunjukkan pada pergeseran kimia 3,10 ppm yang memiliki multiplisitas singlet. Sinyal tersebut menunjukkan proton yang berada pada posisi 3. Secara teoritis proton pada posisi tersebut memiliki jumlah 2H sementara pada spektrum diperoleh jumlah 1H. Sementara itu, analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ yang diperoleh melalui aplikasi Chemdraw untuk proton yang sama berada pada pergeseran kimia 3,02 ppm.

Sinyal selanjutnya ditunjukkan pada pergeseran kimia 3,91 ppm dengan multiplisitas singlet. Sinyal tersebut menunjukkan proton yang terdapat pada gugus metoksi posisi 7 dan 8. Secara teoritis proton pada posisi tersebut memiliki jumlah proton 6H sementara melalui spektrum diketahui bahwa jumlah proton yang dimiliki yaitu sebanyak 4H. Sementara itu untuk spektrum yang diperoleh melalui aplikasi Chemdraw pergeseran kimia proton pada gugus metoksi posisi 7 berada pada pergeseran kimia 3,85 ppm dan proton pada posisi 8 berada pada pergeseran kimia 3,83 ppm.

Sinyal selanjutnya yaitu sekelompok sinyal pada pergeseran kimia 6,84 hingga 7,53. Sinyal pada pergeseran kimia 6,98 ppm dengan multiplisitas *double doublet* dan konstanta kopling 8,24 Hz merupakan sinyal yang dimiliki proton pada posisi 9 dan 10. Sementara itu pada pergeseran kimia 7,14 ditemukan sinyal yang cukup tinggi untuk proton pada posisi 6. Intensitas yang cukup tinggi tersebut dapat terjadi karena adanya *overlapping* sinyal *singlet* proton 6 terhadap sinyal yang dimiliki proton 9 dan 10. Sementara itu pada spektrum yang diperoleh melalui aplikasi Chemdraw dimana proton pada cincin benzena ditunjukkan oleh 3 sinyal yang muncul pada pergeseran kimia 7,16; 7,23; dan 7,30 ppm.

Sinyal terakhir merupakan sinyal kelima pada pergeseran kimia 7,53 ppm dengan jumlah 1H. Proton tersebut memiliki pergeseran kimia yang berdekatan dengan proton pada cincin benzena. Adapun dengan multiplisitas singlet dan pergeseran kimia yang relatif lebih jauh dengan sinyal-sinyal pada pergeseran kimia 6,84 hingga 7,14 maka dapat diketahui bahwa proton tersebut merupakan proton pada gugus fungsi alkena posisi 4. Analisis tersebut didukung oleh spektrum melalui aplikasi Chemdraw dimana proton pada posisi yang sama muncul pada pergeseran kimia 7,37 ppm.

Analisis yang diperoleh kemudian dilakukan perbandingan dengan spektrum yang dihasilkan oleh bahan awal. Adapun spektrum $^1\text{H-NMR}$ bahan awal veratraldehida dan siklopentanon diperoleh melalui *Spectral Database for Organic Compounds* atau SDBS (*National Institute of Advanced Industrial Science and Technology*, 1999) Analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ bahan awal disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4.
Analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ bahan awal

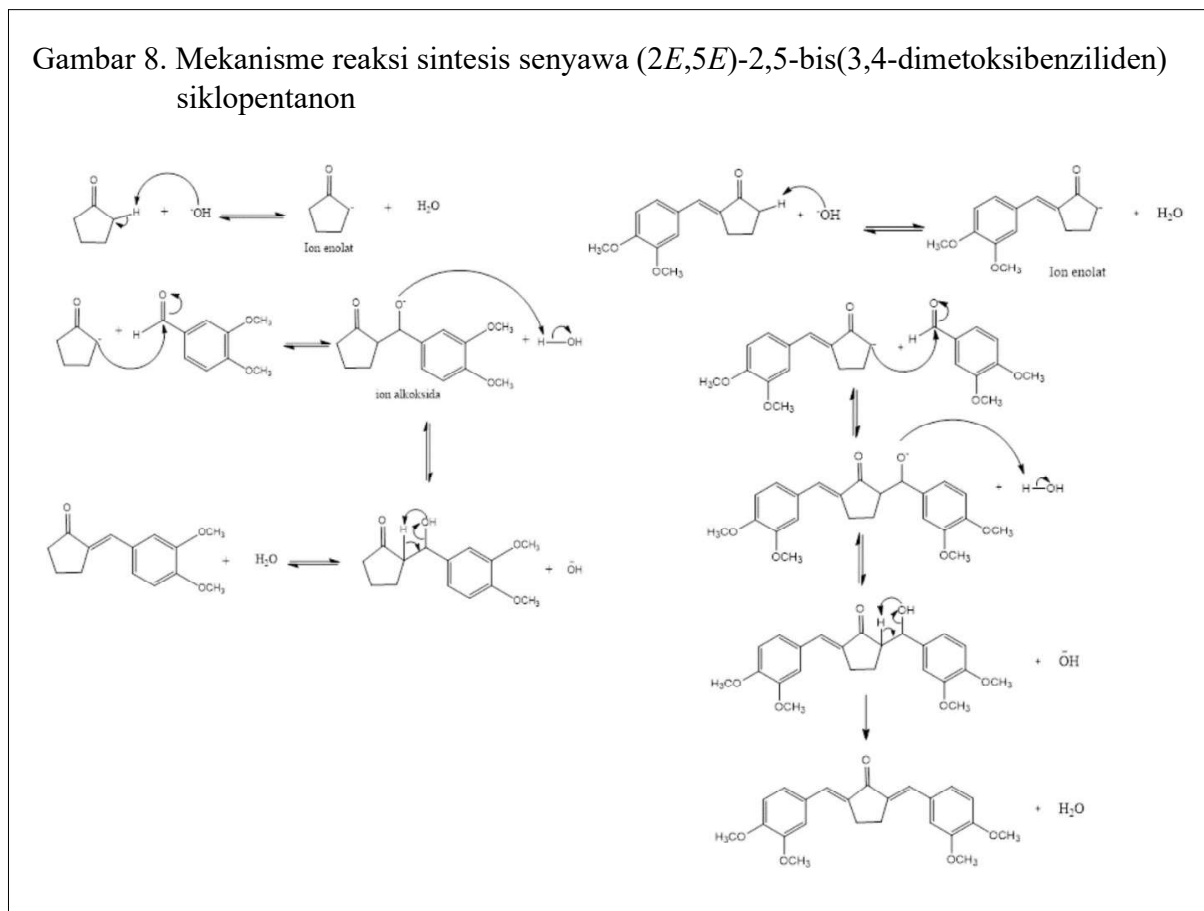
Veratraldehid		Siklopentanon	
δH (ppm)	Perkiraan proton	δH (ppm)	Perkiraan proton
3,94	OCH ₃	1,97	CH
3,97		2,16	
6,99	CH		
7,41		aromatis	
7,47			
9,85	CHO		

Melalui analisis yang dilakukan diketahui bahwa tidak ditemukannya sinyal pada pergeseran kimia 9,85 ppm yang khas dari veratraldehida serta pergeseran kimia 1,97 dan 2,16 ppm yang khas dari siklopentanon. Hal tersebut menunjukkan bahwa kedua bahan awal sudah tidak terdapat pada produk sintesis.

Melalui karakterisasi FTIR produk hasil sintesis serta perbandingan yang dilakukan terhadap spektrum $^1\text{H-NMR}$ produk hasil sintesis dengan spektrum $^1\text{H-NMR}$ Chemdraw dan bahan awal veratraldehida dan siklopentanon maka dapat diketahui bahwa senyawa target (*2E,5E*)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon sudah dapat disintesis serta bahan awal berupa veratraldehida dan siklopentanon sudah tidak ditemukan pada produk hasil sintesis.

Mekanisme sintesis diawali dengan pembentukan ion enolat dari siklopentanon oleh katalis basa. Penyerangan tersebut menghasilkan produk berupa ion enolat dan H_2O . Ion enolat yang terbentuk kemudian berperan sebagai nukleofil dan menyerang atom C karbonil yang terdapat pada senyawa 3,4-dimetoksibenzaldehida atau veratraldehida. Proses penyerangan tersebut akan membentuk ion alkoksida. Mekanisme reaksi dilanjutkan dengan proses protonasi yang menghasilkan produk berupa aldol. Sintesis dilanjutkan dengan proses dehidrasi. Melalui tahap tersebut kemudian akan terbentuk suatu produk senyawa 2-(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon. Produk yang terbentuk masih memiliki H_α sehingga akan terjadi pembentukan ion enolat oleh katalis NaOH. Ion enolat yang berperan sebagai nukleofil kemudian menyerang elektrofil berupa C karbonil yang berasal dari veratraldehida dan membentuk produk berupa ion alkoksida. Mekanisme reaksi dilanjutkan dengan protonasi ion alkoksida membentuk produk aldol yang kemudian mengalami dehidrasi dan membentuk produk akhir berupa senyawa (*2E,5E*)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon. Mekanisme sintesis senyawa (*2E,5E*)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon disajikan pada Gambar 8.

Gambar 8. Mekanisme reaksi sintesis senyawa (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon



SIMPULAN

Produk hasil sintesis yang berbentuk serbuk kuning merupakan senyawa (2E,5E)-2,5-bis(3,4-dimetoksibenziliden)siklopentanon didukung oleh hasil analisis FTIR dan ¹H-NMR yang dilakukan. Rendemen untuk variasi mol katalis NaOH 5, 10, 15, dan 20 mmol secara berturut-turut sebesar 71,75; 60,44; 118,42; dan 113,54 dengan rendemen terbanyak dihasilkan oleh 15 mmol katalis NaOH

DAFTAR PUSTAKA

- Anisa, D. N., Anwar, C., & Afriyani, H. (2020). Sintesis senyawa analog kurkumin berbahan dasar veratradehida dengan metode ultrasound. *Analytical and Environmental Chemistry*, 5(01), 74-81.
- Bele, A., & Khale, A. (2011). An overview on thin layer chromatography. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, March, 256-267.
- Budimarwanti, C., & Handayani, S. (2010). Efektivitas katalis asam basa pada sintesis 2-hidroksikalkon, senyawa yang berpotensi sebagai zat warna. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia* (pp. 2-10).
- Novak, I. (2020). Reversible reaction: Extent of reaction and theoretical yield, *Journal of Chemical Education*, 97(2), 443-447.

- Kumar, S., Jyotirmayee, K., & Sarangi, M. (2013). Thin layer chromatography: A tool of biotechnology for isolation of bioactive compounds from medicinal plants. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 18(1), 126-132.
- Moseley, J. D., & Kappe, C. O. (2011). A critical assessment of the greenness and energy efficiency of microwave-assisted organic synthesis. *Green Chemistry*, 13(4), 794-806. <https://doi.org/10.1039/c0gc00823k>.
- Pambudi, W. (2013). *Efektivitas sintesis hidrosikalkon menggunakan katalis NaOH dan NaOH+ZrO₂ monmorinolit melalui metode konvensional, microwave assisted organic synthesis (MAOS) dan Sonokimia*. Universitas Gajah Mada.
- Sheldon, R. A. (2012). Fundamentals of green chemistry: Efficiency in reaction design. *Chemical Society Reviews*, 41(4), 1437-1451. <https://doi.org/10.1039/c1cs15219j>
- Wiratama, & Budimarwanti. (2019). Benzylidene) acetone by cross aldol condensation reaction using microwave assisted organic synthesis (MAOS) method. *The Science and Science Education International Seminar Proceedings 2019 Promoting Science for Technology & Education Advancement Rektorat UNY Building* (pp. 48-53).