



**OPTIMASI HIDROLISIS SENYAWA TURUNAN ESTER
PARA-METOKSI SINAMAT DENGAN KATALIS $\text{Ca}(\text{OH})_2$
DARI CANGKANG TELUR MENGGUNAKAN
IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

Skripsi

diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia

oleh

Nisa Urribah

4311419037

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
SEMARANG, 2023**

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi berjudul “Optimasi Hidrolisis Senyawa Turunan Ester *Para*-Metoksi Sinamat dengan Katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dari Cangkang Telur Menggunakan Iradiasi Gelombang Mikro” yang disusun oleh

Nama : Nisa Urribah

NIM : 4311419037

Prodi : Kimia

telah disetujui oleh dosen pembimbing untuk diajukan ke Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 15 Agustus 2023

Pembimbing 1



Dr. Harjono, S.Pd., M.Si.
NIP 197711162005011001

Pembimbing 2



Zetryana Putri Tachrim, Ph.D
NIP 198908172020122011

PENGESAHAN TIM PENGUJI




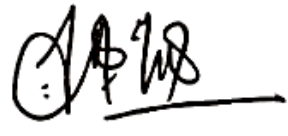

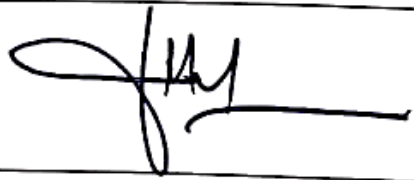

Skripsi berjudul “Optimasi Hidrolisis Senyawa Turunan Ester *Para*-Metoksi Sinamat dengan Katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dari Cangkang Telur Menggunakan Iradiasi Gelombang Mikro” yang disusun oleh

Nama : Nisa Urribah

NIM : 4311419037

Prodi : Kimia

Telah dipertahankan dalam ujian skripsi pada hari Jumat, tanggal 18, bulan Agustus tahun 2023.

 Tim Penguji	
Ketua Penguji Prof. Dr. Edy Cahyono, M.Si. NIP 196412051990021001	
Sekretaris Prof. Dr. Nanik Wijayanti, M.Si. NIP 196910231996032002	
Penguji 1 Dr. Nuni Widiarti, S.Pd. M.Si. NIP 197810282006042001	
Penguji 2 Dante Alighiri, S.Si. M.Sc. NIP 198506102015041003	
Penguji 3/ Pembimbing 1 Dr. Harjono, S.Pd. M.Si. NIP 197711162005011001	
Penguji 4/ Pembimbing 2 Zetryana Puteri Tachrim, Ph.D. NIP 198908172020122011	

PERNYATAAAN KEASLIAN

Skripsi yang ditulis berjudul “Optimasi Hidrolisis Senyawa Turunan Ester *Para*-Metoksi Sinamat dengan Katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dari Cangkang Telur Menggunakan Iradiasi Gelombang Mikro” merupakan karya ilmiah asli dan bukan hasil plagiasi dari karya ilmiah orang lain. Pendapat atau temuan orang lain yang dikutip di dalam Skripsi ini telah ditulis berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 15 Agustus 2023

Yang menyatakan



Nisa Uribah

NIM 4311419037

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto

- ❖ When the pain of an obstacle is too great, challenge yourself to be stronger.
- ❖ Patience is needed when you want to achieve a success.
- ❖ We suffer more in imagination than in reality.

Persembahan

- ❖ Allah SWT. yang telah memberikan kesehatan, rahmat, hidayah, rezeki, dan semua yang penulis butuhkan.
- ❖ Diri sendiri karena sudah bertahan untuk menyelesaikan skripsi ini dengan segala lika-likunya.
- ❖ Keluarga besar penulis yang senantiasa melimpahkan doa, motivasi, semangat, dan pengorbanan yang telah diberikan.
- ❖ Dr. Harjono, S.Pd. M.Si. dan Zetryana Puteri Tachrim, Ph.D selaku pembimbing yang dengan tulus ikhlas dan penuh kesabaran membimbing serta memberikan dorongan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
- ❖ Teman-teman magang dan tugas akhir di Laboratorium Kimia BRIN Serpong.
- ❖ Semua pihak yang telah berkontribusi dalam penyusunan karya tulis ini, terima kasih atas dukungannya.

ABSTRAK

Urribah, Nisa. (2023). Optimasi Hidrolisis Senyawa Turunan Ester *Para*-Metoksi Sinamat dengan Katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dari Cangkang Telur Menggunakan Iradiasi Gelombang Mikro. Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing I Dr. Harjono, S.Pd. M.Si dan Pembimbing II Zetryana Puteri Tachrim, Ph.D.

Kata kunci : Ester *para*-metoksisinamat ; Asam *para*-metoksisinamat ; Hidrolisis ester ; Iradiasi gelombang mikro ; Katalis cangkang telur.

Penelitian hidrolisis melalui iradiasi gelombang mikro ini bertujuan memperoleh senyawa produk asam *para*-metoksi sinamat dari hasil optimum hidrolisis turunan ester *para*-metoksi sinamat dengan katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang ketersediaannya melimpah dan ramah lingkungan. Optimasi awal hidrolisis dilakukan pada senyawa etil *para*-metoksi sinamat (EPMS) yang merupakan senyawa dominan dari hasil isolasi kencur (*Kaempferia galanga*). Reaksi hidrolisis turunan ester *para*-metoksi sinamat lain dilakukan mengikuti kondisi optimum dari hasil optimasi hidrolisis EPMS. Optimasi dilakukan terhadap variasi waktu iradiasi gelombang mikro (1; 2; 3; dan 4 menit), pelarut (DMF; DMSO; dan Gliserol), jenis katalis (NaOH, KOH, dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$), jumlah katalis (0 ; 0,25 ; 0,5 ; 1,25 ; 2,5 ; dan 5 mmol), serta proses rekristalisasi produk (jumlah katalis 2,5 ; 5 ; dan 7,5 mmol, jenis dan konsentrasi asam, pH dan suhu filtrat campuran reaksi). Katalis dari serbuk cangkang telur disintesis melalui dua cara preparasi yakni $\text{Ca}(\text{OH})_2$ metode kopresipitasi secara kimiawi dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ metode kalsinasi pada *furnace* suhu 600°C dimana dilanjutkan dengan proses kopresipitasi secara kimiawi. Hasil sintesis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil menunjukkan bahwa katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kalsinasi 600°C dilanjutkan kopresipitasi memiliki puncak yang sama dengan basis data $\text{Ca}(\text{OH})_2$, sedangkan pada $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kopresipitasi terdapat puncak lain yang tidak teridentifikasi pada basis data $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Hasil analisis senyawa EPMS dari kencur menggunakan spektrofotometer UV-Vis menghasilkan panjang gelombang maksimum pada 226 dan 309 nm. Hasil reaksi optimal diperoleh dalam waktu 3 menit dengan pelarut gliserol (*food grade*) menggunakan katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kalsinasi 600°C dilanjutkan kopresipitasi secara kimiawi pada jumlah katalis 2,5 mmol dengan perolehan padatan kondisi penambahan bertahap HCl 1 M sampai pH 1 menghasilkan *yield* 50-55%. Uji kemurnian hasil reaksi dilakukan dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menunjukkan satu noda tunggal, titik leleh $146\text{-}147^\circ\text{C}$, serta hasil $^1\text{H-NMR}$ menunjukkan puncak spektrum kemurnian tinggi.

ABSTRACT

Urribah, Nisa. (2023). Optimization of Hydrolysis of *Para*-Methoxy Cinnamate Esters Derivative using $\text{Ca}(\text{OH})_2$ Catalysts from Eggshells and Microwave Irradiation. Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Supervisor I Dr. Harjono, S.Pd. M.Si and Supervisor II Zetryana Puteri Tachrim, Ph.D

Keywords : Ester *para*-methoxycinnamate; *Para*-methoxycinnamic acid; Ester Hydrolysis; Microwaves; Eggshell Catalyst.

This study hydrolysis through the microwave irradiation aims to obtain *para*-methoxy cinnamic acid product compounds from the optimization of hydrolysis of *para*-methoxy cinnamic ester derivatives with availability is abundant and a green $\text{Ca}(\text{OH})_2$ catalyst. Initial hydrolysis optimization was carried out on ethyl *para*-methoxy cinnamate (EPMS) which is the dominant compounds from the isolation of kencur (*Kaempferia galanga*). The hydrolysis reaction of esters of other *para*-methoxy cinnamic derivatives was carried out following the optimum conditions from the EPMS hydrolysis optimization results. Optimization was carried out on variations of microwave irradiation time (1; 2; 3; and 4 minutes), solvents (DMF; DMSO; and Glycerol), type of catalyst (NaOH, KOH, and $\text{Ca}(\text{OH})_2$), amount of catalyst (0; 0.25 ; 0.5 ; 1.25 ; 2.5 ; and 5 mmol), and product recrystallization process (amount of catalyst 2.5 ; 5 ; and 7.5 mmol, type and concentration of acid, pH and temperature of reaction mixture filtrate). The catalyst from eggshell powder was synthesized through two preparation methods, namely $\text{Ca}(\text{OH})_2$ chemically coprecipitation and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ calcination in a furnace at 600°C followed by chemically coprecipitation process. The synthesis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ were characterized by *X-Ray Diffraction* (XRD). The results show that the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ calcination 600°C followed by coprecipitation catalyst has the same peak as the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ database, while the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ chemically coprecipitation has another peak that is not identified in the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ database. The results of the analysis of EPMS compounds from kencur using a UV-Vis spectrophotometer produced maximum wavelengths at 226 and 309 nm. Optimal reaction results were obtained in 3 minutes with glycerol solvent (food grade) using $\text{Ca}(\text{OH})_2$ calcination 600°C followed by chemically coprecipitation catalyst at the amount of 2.5 mmol catalyst with the acquisition of solids under the condition of gradual addition of 1 M HCl to pH 1 resulting in a yield of 50-55%. The purity test of the reaction product was carried out by Thin Layer Chromatography (TLC) showing a single spot, melting point $146\text{-}147^\circ\text{C}$, and $^1\text{H-NMR}$ results showed spectral peaks with high purity.

PRAKATA

Segala puji dan syukur penulis haturkan ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta kelancaran dalam penyusunan dan penyelesaian skripsi yang berjudul “Optimasi Hidrolisis Senyawa Turunan Ester *Para*-Metoksi Sinamat dengan Katalis $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dari Cangkang Telur Menggunakan Iradiasi Gelombang Mikro”. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini di antaranya:

1. Rektor Universitas Negeri Semaang, yang telah memberikan kesempatan menempuh studi Strata 1 Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan fasilitas selama menjadi mahasiswa aktif dalam perkuliahan.
3. Ketua Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan kemudahan pengurusan administrasi dalam penyusunan dan penyelesaian skripsi ini.
4. Dr. Harjono S.Pd. M.Si. selaku Pembimbing I yang telah membimbing, mengarahkan serta memberikan dorongan baik moril maupun materiil sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Zetryana Puteri Tachrim, Ph.D. selaku Pembimbing II yang telah memberikan dukungan, bantuan, dan arahan selama pengerjaan penelitian skripsi di Badan Riset dan Inovasi Nasional Serpong.
6. Dr. Nuni Widiarti, S.Pd. M.Si. dan Dante Alighiri, S.Si. M.Sc. selaku Dosen Penguji I dan Penguji II yang telah memberikan masukan dan pengarahan yang sangat berarti dalam menguji kelayakan naskah skripsi ini.
7. Kepala Laboratorium *Natural Product and Pharmaseutical Chemistry*, Pusat Riset Bahan Baku Obat dan Obat Tradisional, Badan Riset dan Inovasi Nasional Serpong yang telah memberikan fasilitas laboratorium dengan baik selama pengerjaan dan penyelesaian penelitian ini.
8. Bapak/Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah membekali ilmu pengetahuan selama penulis mengikuti pendidikan di kampus UNNES.

9. Bapak dan Ibu tercinta yang telah menjadi orang tua terhebat, yang selalu memberikan doa, perhatian, kasih sayang, nasehat yang sangat berarti dan dapat membangkitkan semangat.
10. Seluruh sahabat magang dan tugas akhir di Laboratorium Kimia BRIN Serpong, teman-teman seperjuangan kimia angkatan 2019 dan segenap keluarga besar jurusan kimia FMIPA UNNES, yang telah kebersamai dalam menyusun skripsi ini.
11. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas seluruh bantuan dan dukungan yang diberikan selama penyelesaian skripsi.

Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih kepada pembaca yang berkenan membaca skripsi ini. Penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu diharapkan saran dan kritik dari semua pihak, dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan perkembangan pengetahuan dan penelitian.

Semarang, 15 Agustus 2023

Penulis

Nisa Urribah

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING	ii
PENGESAHAN TIM PENGUJI	iii
PERNYATAAAN KEASLIAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN.....	v
ABSTRAK	vi
PRAKATA	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
1.6 Keaslian Penelitian	4
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan Pustaka	6
2.1.1 Sintesis Ca(OH) ₂ dari cangkang telur.....	6
2.1.2 Ester etil <i>para</i> -metoksi sinamat dari isolasi kencur	7
2.1.3 Modifikasi turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat	8
2.1.4 Hidrolisis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat	8
2.1.5 Katalis dalam hidrolisis ester	9
2.2 Landasan Teori	11
2.2.1 Modifikasi turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat	11
2.2.2 Pemanfaatan Ca(OH) ₂ dari cangkang telur.....	13
2.2.3 Hidrolisis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat	14
2.2.4 Reaksi menggunakan iradiasi gelombang mikro	16
2.2.5 Pemisahan dan pemurnian produk ester dan hidrolisis	17
2.2.5.1 Ekstraksi senyawa hasil	17
2.2.5.2 Kelarutan dan rekristalisasi.....	17
2.2.5.3 Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	17
2.2.6 Karakterisasi.....	18
2.2.6.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	18
2.2.6.2 Spektrofotometer <i>Ultra Violet-Visible</i>	20
2.2.6.3 Spektroskopi Resonansi Magnet Inti Proton (¹ H-NMR).....	22
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	23
3.1 Pendekatan dan Desain Penelitian.....	23

3.2	Lokasi Penelitian	23
3.3	Fokus Penelitian/ Sampel dan Populasi	23
3.4	Variabel Penelitian	23
3.4.1	Variabel Bebas	23
3.4.2	Variabel Terikat.....	24
3.4.3	Variabel Terkontrol	24
3.5	Alat dan Bahan	24
3.5.1	Alat	24
3.5.2	Bahan	25
3.6	Prosedur Kerja.....	25
3.6.1	Tahap Preparasi Senyawa awal Ester	25
3.6.1.1	Isolasi etil <i>para</i> -metoksi sinamat dari kencur	26
3.6.1.2	Sintesis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat lainnya	27
3.6.2	Analisis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat.....	30
3.6.2.1	Analisis etil <i>para</i> -metoksi sinamat hasil isolasi kencur	30
3.6.2.2	Analisis <i>yield</i> sintesis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat	30
3.6.2.3	Analisis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat lainnya	31
3.6.3	Sintesis Ca(OH) ₂ dari serbuk cangkang telur	31
3.6.3.1	Sintesis Ca(OH) ₂ metode kopresipitasi secara kimiawi	31
3.6.3.2	Sintesis Ca(OH) ₂ metode kalsinasi pada <i>furnace</i> suhu 600°C dilanjutkan kopresipitasi secara kimiawi	31
3.6.4	Optimasi hidrolisis ester EPMS menggunakan iradiasi gelombang mikro.....	32
3.6.4.1	Optimasi waktu hidrolisis	32
3.6.4.2	Optimasi pelarut hidrolisis	32
3.6.4.3	Optimasi jenis katalis hidrolisis	32
3.6.4.4	Optimasi jumlah mmol katalis dan konversi EPMS yang habis bereaksi	33
3.6.4.5	Optimasi cara perolehan padatan produk hidrolisis	33
3.6.5	Hidrolisis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat	34
3.6.6	Analisis produk hidrolisis turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat....	34
3.6.6.1	<i>Screening</i> awal produk hidrolisis dengan KLT.....	34
3.6.6.2	Analisis <i>yield</i> produk hidrolisis.....	34
3.6.6.3	Pengujian titik leleh produk hidrolisis.....	34
3.6.6.4	Identifikasi produk hasil hidrolisis dengan Spektrofotometer ¹ H-NMR	35
3.7	Teknik Keabsahan Data	35
3.8	Teknik Analisis Data	35
BAB 4	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	37
4.1	Senyawa Awal Ester dan Karakterisasi	39
4.1.1	Hasil isolasi etil <i>para</i> -metoksi sinamat dari ekstrak kencur	39
4.1.2	Hasil Sintesis Turunan ester <i>para</i> -metoksi sinamat lainnya.....	42

4.2	Hasil Sintesis Katalis Ca(OH) ₂ dari cangkang telur.....	50
4.3	Hasil optimasi hidrolisis Ester EPMS menggunakan iradiasi gelombang mikro.....	53
4.3.1	Hasil optimasi waktu hidrolisis menggunakan iradiasi gelombang mikro.....	57
4.3.2	Hasil optimasi pelarut hidrolisis.....	59
4.3.3	Hasil optimasi penggunaan katalis dalam hidrolisis.....	61
4.3.4	Hasil optimasi jumlah mmol katalis Ca(OH) ₂ dan Konversi EPMS yang habis bereaksi.....	64
4.3.5	Hasil optimasi rekristalisasi produk target hidrolisis.....	69
4.4	Hasil hidrolisis turunan ester <i>para</i> -metoksisinamat lainnya.....	77
BAB 5	PENUTUP.....	80
5.1	Simpulan	80
5.2	Saran	80
	DAFTAR PUSTAKA.....	82
	LAMPIRAN	92