

RINGKASAN

**SINTESIS *N'*-(3,4-DIKLOROBENZOIL)-4-HIDROKSIBENZO
HIDRAZIDA DAN *N'*-BENZOIL-4-
HIDROKSIBENZOHIDRAZIDA DENGAN IRADIASI
GELOMBANG MIKRO**

Niswah Nilam Qonita

Asam 4-hidroksibenzoat merupakan senyawa organik yang memiliki berbagai macam aktivitas biologis salah satunya adalah memiliki aktivitas antimikroba. Metil-4-hidroksibenzoat (metil paraben) adalah salah satu turunan dari asam 4-hidroksibenzoat yang digunakan tunggal atau kombinasi untuk menimbulkan efek antimikroba. Dari aktivitas antimikroba metil-4-hidroksibenzoat dalam penelitian ini akan dibuat senyawa *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzo hidrazida dengan iradiasi gelombang mikro. Reaksi dengan iradiasi gelombang mikro telah banyak digunakan dalam sintesis kimia karena memiliki keunggulan antara lain dapat meningkatkan laju reaksi. Perbedaan antara kedua senyawa yang akan disintesis adalah adanya substituen 3,4-dikloro pada cincin benzena yang terdapat senyawa *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida. Adanya substituen 3,4-dikloro pada cincin benzena yang terdapat senyawa *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida akan mempengaruhi kereaktifan cincin benzena. Kereaktifan cincin benzena ini akan mempengaruhi presentase hasil sintesis.

Sintesis senyawa *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzo hidrazida dan *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dilakukandalam dua tahap reaksi, yaitu sintesis senyawa 4-hidroksibenzohidrazida sebagai bahan awal. 4-Hidroksibenzohidrazida didapatkan melalui reaksi antara metil 4-hidroksibenzoat dengan hidrazin hidrat melalui mekanisme reaksi substitusi asil nukleofilik. Sintesis 4-hidroksibenzohidrazida juga dilakukan dengan menggunakan metode iradiasi gelombang mikro dengan daya 160 Watt dan waktu 10 menit. Pada tahap kedua, setelah didapatkan senyawa awal 4-hidroksibenzohidrazida dilakukan sintesis

senyawa *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzo hidrazida melalui mekanisme reaksi substitusi asil nukleofilik.

Tahap kedua sintesis *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida dilakukan dengan menggunakan metode iradiasi gelombang mikro pada daya 120 watt dan waktu 5 menit. Setelah itu, senyawa hasil sintesis dicuci dengan larutan natrium bikarbonat 10% untuk menghilangkan sisa asam. Daya dan waktu yang diberikan pada proses ini didasarkan pada orientasi yang telah dilakukan sebelumnya. Senyawa hasil sintesis dilakukan uji kemurniaan dengan kromatografi lapis tipis dengan berbagai macam eluen dan uji titik lebur serta diidentifikasi menggunakan spektrofotometri UV-Vis, spektrofotometri infra merah, dan spektroskopi resonansi magnetik inti (1H-RMI).

Rata-rata presentase hasil sintesis *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida sebesar 81,68 % dengan titik lebur senyawa hasil sintesis yaitu 268-269 °C. Identifikasi dengan spektrofotometri UV-Vis didapatkan panjang gelombang maksimum 254,0 nm. Identifikasi spektrofotometri infra merah menunjukkan adanya gugus -C=O amida pada serapan 3262 cm⁻¹, -NH pada serapan 1638 cm⁻¹, -C=C aromatis pada serapan 1579 cm⁻¹, -C-N pada serapan 1334 cm⁻¹, -CH (sp²) pada serapan 3059 cm⁻¹ dan -OH pada serapan 3262 cm⁻¹. Untuk identifikasi spektroskopi resonansi magnetik inti (1H-RMI) menunjukkan adanya pergeseran kimia pada 7.86-6.80 ppm dari 9 atom H cincin aromatik, pergeseran kimia pada 10.33 ppm dari atom H dari gugus OH, serta pergeseran kimia pada 10.17-10.04 ppm dari atom H dari gugus NH. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa *N'*-benzoil-4-hidroksibenzo hidrazida.

Rata-rata presentase hasil sintesis *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida sebesar 87,16%. dengan titik lebur senyawa hasil sintesis yaitu 268-269 °C. Identifikasi dengan spektrofotometri UV-Vis didapatkan panjang gelombang maksimum 254,0 nm yang berasal dari gugus kromofor cincin aromatik yang terkonjugasi. Identifikasi spektrofotometri infra merah menunjukkan adanya gugus -C=O amida pada serapan 1663 cm⁻¹, -N-H pada serapan 1630 cm⁻¹, -C=C aromatis

pada serapan 1594 cm^{-1} , -C-N pada serapan 1314 cm^{-1} , dan -OH pada serapan 3427 cm^{-1} . Untuk identifikasi spektroskopi resonansi magnetik inti ($^1\text{H-NMR}$) menunjukkan adanya pergeseran kimia pada 8.08-6.80 ppm dari 7 atom H cincin aromatik, pergeseran kimia pada 10.55 ppm dari atom H dari gugus OH, serta pergeseran kimia pada 10.26-10.12 ppm dari atom H dari gugus NH. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida.

Persentase hasil sintesis diperoleh rata-rata persentase hasil sintesis *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida sebesar 81,68% dan rata-rata presentase hasil sintesis *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksi benzohidrazida sebesar 87,16%. Dari analisis statistika dinyatakan terdapat perbedaan yang bermakna antara persentase hasil sintesis *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dengan persentase hasil sintesis *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida. Adanya substituen 3,4-dikloro pada 3,4-diklorobenzoil klorida meningkatkan kereaktifan akibat efek induksi dari gugus Cl. Hal ini menyebabkan hasil sintesis *N'*-(3,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida lebih besar dibandingkan hasil sintesis *N'*-benzoil-4-hidroksibenzo hidrazida.