

**SKRIPSI**

**PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP  
PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSI  
KHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON DAN  
2,2',4-TRIMETOKSIKHALKON**



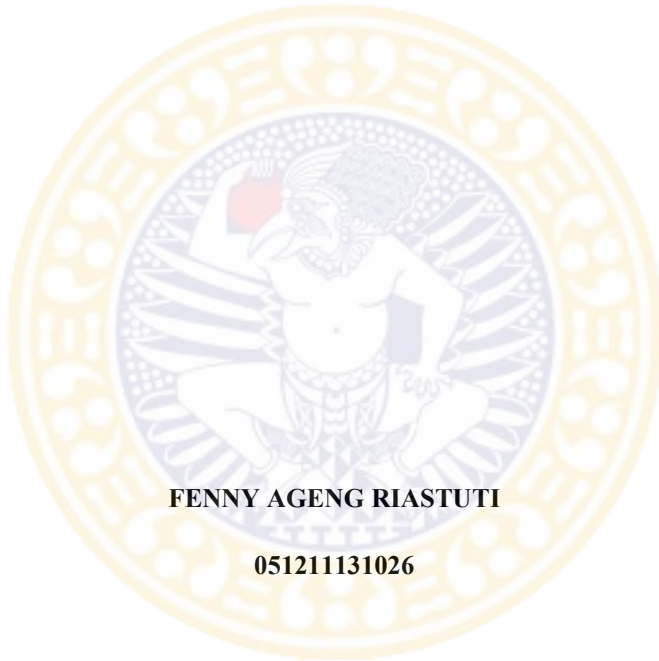
**FENNY AGENG RIASTUTI**

**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA  
DEPARTEMEN KIMIA FARMASI  
SURABAYA**

**2016**

**SKRIPSI**

**PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP  
PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSI  
KHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON DAN  
2,2',4-TRIMETOKSIKHALKON**



**FENNY AGENG RIASTUTI**

**051211131026**

**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA  
DEPARTEMEN KIMIA FARMASI  
SURABAYA**

**2016**

## LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul:

**PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP  
PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSI  
KHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON  
DAN 2,2',4-TRIMETOKSIKHALKON**

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 pernyataan persetujuan publikasi skripsi/karya ilmiah saya buat dengan sebenar-benarnya.

Surabaya, Agustus 2016



**Fenny Ageng Riastuti**  
**NIM. 051211131026**

**LEMBAR PERNYATAAN  
BUKAN HASIL PLAGIARISME**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Fenny Ageng Riasuti

NIM : 051211131026

Fakultas : Farmasi

menyatakan bahwa sesungguhnya hasil tugas akhir yang saya tulis dengan judul :

**PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP  
PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSI  
KHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON  
DAN 2,2',4-TRIMETOKSIKHALKON**

adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Demikian pernyataan ini saya buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Surabaya, Agustus 2016



Fenny Ageng Riasuti  
NIM. 051211131026

Lembar pengesahan

**PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP  
PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSI  
KHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON DAN  
2,2',4-TRIMETOKSIKHALKON**

**SKRIPSI**

Dibuat Untuk Memenuhi Syarat  
Mencapai Gelar Sarjana Farmasi Pada  
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga  
2016

Oleh :

**FENNY AGENG RIASTUTI**

**NIM : 051211131026**

Disetujui oleh :

**Pembimbing Utama**



**Prof. Dr. Tutuk Budiati, Apt., MS**  
NIP. 194801261976032001

**Pembimbing Serta**



**Dra. Suzana, Msi**  
NIP. 196509271992032002

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT karena atas berkat, rahmat dan ridho-Nya akhirnya skripsi ini dapat diselesaikan dengan sebaik-baiknya. Banyak rintangan yang telah dihadapi, namun hal tersebut bukanlah menjadi penghalang untuk menyelesaikan tugas yang diberikan kepada penulis.

Dengan selesainya skripsi penulis yang berjudul “PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSIKHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON DAN 2,2',4-TRIMETOKSI KHALKON” perkenankan penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Kedua orang tua saya, bapak Kamsori dan ibu Diah Puji Astuti yang telah sangat berjasa dalam kehidupan saya. Berkat doa, kerja keras, dorongan, kasih sayang dan semangat yang telah mereka berikan kepada saya hingga saat ini saya dapat menyelesaikan satu tahap dalam kehidupan saya. Terimakasih untuk segala hal yang telah diberikan kepada saya. Karena tidak ada yang mampu menggantikan kasih sayang orang tua kepada anaknya.
2. Prof. Dr. Tutuk Budiati, Apt., MS dan Dra. Suzana, M.Si selaku dosen pembimbing skripsi saya yang sangat baik. Terimakasih telah bersedia meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan sabar dalam membimbing saya hingga akhir.
3. Dr. Suko Hardjono, Apt.,MS dan Drs. A. Toto Poernomo, Apt.,M.Si. selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.

4. Dr. Bambang Tri Purwanto., Apt.,MS selaku dosen wali, dan Bu Melanny Ika S, S. Farm., MSc serta segenap dosen Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang tidak dapat disebutkan satu per satu, terimakasih telah membagi ilmunya kepada saya serta sabar dalam membimbing selama ini.
5. Uti saya, ibu Supini yang selalu memberikan nasehat dan sayang padaku. Terimakasih sudah menjadi nenek terbaik untukku, semoga uti selalu sehat dan bisa menggendong anakku nanti.
6. Kakak Gandes, mba Wara, mba Rina, keponakan saya Khansa, dan saudara saudara saya yang lain yang telah memberi saya semangat dan mendoakan saya agar skripsi ini dapat diselesaikan.
7. Seseorang yang spesial untukku, Dika. Terimakasih sudah menemani hari - hariku dengan semangat, doa, perhatian dan saran yang diberikan dari dulu hingga saat ini. Terimakasih sudah menjadi teman, sahabat, pacar, dan semoga menjadi suamiku juga nanti.
8. Teman - teman yang selalu memberikan kegilaan, ceria, canda, tawa, marah, dan tangis air mata selama kuliah di farmasi, Puput, Talcha, Asita, Eka, Magrifah dan Zainul.
9. Teman – teman satu lab skripsi sintesis 2016, Puput, Talcha, Ariani, Frida, Risa, Putri, Dea, dan yang lain serta pak laboran Pak Sunar dan Pak Yanto yang menemani dan membantu selama pengerjaan penelitian skripsi ini.
10. Teman-teman kelas C dan teman-teman angkatan 2012 yang senantiasa berbagi suka duka selama menempuh pendidikan.
11. Serta seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu – persatu yang telah membantu hingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dari penelitian ini, oleh karena itu setiap upaya pengembangan hasil penelitian ini akan diterima dengan senang hati.

Semoga Allah SWT senantiasa memberikan rahmat dan karunia-Nya kepada kita. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan di masa kini dan yang akan datang

Surabaya, Agustus 2016

Penulis





## RINGKASAN

# **PENGARUH GUGUS METOKSI TERHADAP PERSENTASE HASIL SINTESIS 2-METOKSI KHALKON, 2,4-DIMETOKSIKHALKON, DAN 2,2',4-TRIMETOKSIKHALKON**

Fenny Ageng R.

Senyawa khalkon atau 1,3-difenilprop-2-en-1-on merupakan senyawa golongan flavonoid terdapat di alam pada tanaman buah dan sayur dalam jumlah yang sedikit. Senyawa khalkon memiliki berbagai aktivitas farmakologi yaitu antara lain sebagai anti jamur, anti bakteri, anti inflamasi, antikanker, anti tumor, antimalaria, dan sebagai anti oksidan. Dengan berbagai macam aktivitas yang dimilikinya, dan untuk mendapatkan senyawa khalkon dalam jumlah besar maka dilakukanlah sintesis senyawa khalkon.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis empat senyawa yaitu senyawa khalkon, 2-metoksikhalkon, senyawa 2,4-dimetoksikhalkon, dan senyawa 2,2',4,-trimetoksikhalkon. Sintesis keempat senyawa khalkon tersebut dilakukan melalui kondensasi aldol silang dengan katalis NaOH 60% pada kondisi reaksi yang sama. Sintesis keempat senyawa tersebut dilakukan untuk mengetahui pengaruh gugus metoksi terhadap persen hasil sintesis.

Adanya gugus metoksi (-OCH<sub>3</sub>) pada benzaldehida bersifat mesomeri positif, yang memberikan elektronnya pada cincin aromatis sehingga dapat beresonansi. Dengan adanya penambahan elektron pada

cincin benzena, dapat menyebabkan atom C karbonil menjadi lebih mudah diserang oleh nukleofil sehingga reaksi adisi nukleofilik menjadi lebih mudah dan lebih cepat terbentuk.

Persentase hasil sintesis untuk senyawa khalkon sebesar  $75 \% \pm 2,35$ . Sedangkan persentase hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon sebesar  $85 \% \pm 6,79$ , senyawa 2,4-dimetoksikhalkon, dan senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon secara berurutan yaitu sebesar  $92 \% \pm 0,47$ , dan  $95 \% \pm 0,82$ .

Hasil sintesis yang didapat dilakukan uji kemurnian dengan kromatografi lapis tipis dan jarak lebur. Berdasarkan hasil pengamatan kromatografi lapis tipis, keempat senyawa turunan khalkon tersebut didapatkan noda tunggal yang berbeda dari senyawa awal. Sedangkan pada pemeriksaan jarak lebur didapatkan jarak lebur senyawa khalkon yaitu  $53-54^{\circ} \text{C}$ , senyawa 2-metoksikhalkon sebesar  $58-59^{\circ} \text{C}$ , senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 2,2',4-trimetoksikhalkon yaitu sebesar  $73-75^{\circ} \text{C}$  dan  $105-106^{\circ} \text{C}$ .

Untuk identifikasi senyawa menggunakan spektrofotometer Uv, spektrofotometer FTIR, dan spektrofotometer  $^1\text{H-NMR}$ . Dari hasil uji kemurnian menggunakan spektrometer Uv didapatkan absorban senyawa khalkon pada dua panjang gelombang yaitu pada panjang gelombang 210 nm (absorban = 0,37629) dan panjang gelombang 308 nm (absorban = 0,66704). Senyawa 2-metoksikhalkon pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,79491) dan panjang gelombang 298 nm (absorban = 0,61963). Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon pada serapan panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,66016) dan panjang gelombang 308 nm (absorban = 0,71339). Dan senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,62555) dan panjang gelombang 348 nm (absorban = 0,45029).

Uji identifikasi senyawa selanjutnya yaitu dengan menggunakan spektrofotometer IR. Dari pengamatan didapatkan data spektrum IR untuk senyawa khalkon yaitu hasil sintesis terdapat ikatan C = O keton terkonjugasi, C = C, dan C – H dengan nilai serapan secara berurutan yaitu  $1662\text{ cm}^{-1}$ ,  $1575\text{ cm}^{-1}$ ,  $1495\text{ cm}^{-1}$ , dan  $3059\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan pada senyawa 2-metoksikhalkon, didapatkan serapan ikatan C=O keton terkonjugasi pada  $1661\text{ cm}^{-1}$ , C=C pada  $1575\text{ cm}^{-1}$  dan  $1466\text{ cm}^{-1}$ , C-H pada  $3061\text{ cm}^{-1}$ , C-O-C pada  $1248\text{ cm}^{-1}$  dan  $1033\text{ cm}^{-1}$  serta adanya substituen posisi ortho pada bilangan gelombang 752. Lalu untuk senyawa 2,4-dimetoksikhalkon hasil sintesis terdapat ikatan C = O keton terkonjugasi, C = C, C – H dan C – O – C dengan nilai serapan secara berurutan yaitu  $1651\text{ cm}^{-1}$ ,  $1608\text{ cm}^{-1}$ ,  $1500\text{ cm}^{-1}$ ,  $3079\text{ cm}^{-1}$ , dan C – O – C 1221 dan 1047. Sedangkan pada senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon, didapatkan serapan ikatan C=O keton terkonjugasi pada  $1644\text{ cm}^{-1}$ , C=C pada  $1602\text{ cm}^{-1}$  dan  $1487\text{ cm}^{-1}$ , C - H pada  $2996\text{ cm}^{-1}$ , dan C-O-C pada  $1256\text{ cm}^{-1}$  dan  $1051\text{ cm}^{-1}$ . Pada 2,2',4-trimetoksikhalkon juga muncul serapan pada daerah 765 yang menunjukkan adanya substituen pada posisi ortho.

Uji identifikasi yang terakhir yaitu menggunakan spektrofotometer  $^1\text{H-NMR}$ . Data spektrum HNMR senyawa khalkon muncul serapan pada daerah 8,01 ppm (2H, d); 7,65 - 7,63 ppm (3H, m) yang menunjukkan proton proton pada cincin A, dan serapan pada daerah 7,80 ppm (1H, d, 16Hz) dan 7,61 ppm (1H, d, 12Hz) yang menunjukkan adanya alkena trans. Serapan proton cincin B senyawa khalkon muncul pada 7,60 - 7,58 ppm (2H, m) dan 7,53 - 7,48 ppm (3H, m).

Pada senyawa 2-metoksikhalkon muncul serapan pada daerah 8,01 ppm (2H, d); 7,63 – 7,61 ppm (3H, m) yang menunjukkan proton proton pada cincin A, dan serapan pada daerah 8,12 ppm (1H, d, 16Hz) dan 7,67

- 7,64 ppm (1H, m, 12Hz) yang menunjukkan adanya alkena trans. Serapan proton cincin B senyawa 2-metoksikhalkon muncul pada 7,47 ppm (2H, t); 7,00-6,98 (1H, m); 6,94-6,92 ppm (1H, m); dan 3,89 ppm (3H,s).

Selanjutnya pada senyawa 2,4-dimetoksikhalkon terdapat serapan pada cincin A yaitu pada daerah 7,59-7,58 ppm (2H, m); 7,53 ppm (1H, s); 3,88 ppm (3H, s); 3,84 ppm (3H, s). Adanya alkena trans pada 2,4-dimetoksikhalkon ditunjukkan oleh adanya serapan pada daerah 7,76 ppm (1H, d, 12Hz) dan 7,67 ppm (1H, d, 16Hz). Serapan cincin B senyawa 2,4-dimetoksikhalkon muncul pada daerah 7,39 – 7,37 ppm (3H, m); 7,59 – 7,57 ppm (2H, m).

Dan pada senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon terdapat serapan pada daerah 7,58 ppm (1H, d); 6,54 ppm (1H, d); 6,46 ppm (1H, s); 3,86 ppm (3H, s); 3,84 ppm (3H, s) pada cincin A. Sedangkan cincin B muncul pada daerah 6,96 – 6,94 ppm (3H, t); 7,58 ppm (1H, d); 3,81 ppm (3H,s). Dan adanya alkena trans ditunjukkan dengan adanya serapan pada daerah 8,01 ppm (1H, d, 16 Hz) dan 7,72 ppm (1H, d, 12Hz).

## ABSTRACT

# THE INFLUENCE OF METHOXY GROUP TOWARD PERCENTAGE SYNTHESIS OF 2-METHOXY CHALCONE, 2,4-DIMETHOXYCHALCONE AND 2,2',4-TRIMETHOXYCHALCONE

Fenny Ageng R.

The aim of this research was to determine the influence of methoxy group on synthesis chalcones derivative by comparing the yields of synthesis. A series of chalcones was prepared by Claisen - Schmidt condensation of appropriate acetophenones with appropriate benzaldehydes in the presence of sodium hydroxide and ethanol under microwave irradiation. The synthesis chalcones derivative was characterized by Uv Spectrophotometry, FT-IR, and H-NMR. The synthesis product of chalcones derivative is yellow crystal. The yield of chalcone is  $75\% \pm 2,35$ , the yield of 2-methoxychalcone is  $85\% \pm 6,79$ , the yield of 2,4-dimethoxychalcone is  $92\% \pm 0,47$ , and the yield of synthesis 2,2',4;trimethoxychalcone is  $95\% \pm 0,82$ . It can be conclude that methoxy group increase the yields of product.

**Keywords** : chalcones, synthesis, microwave, methoxy group, NaOH, Claisen-Schmidt condensation.

**DAFTAR ISI**

	Halaman
JUDUL .....	i
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	ii
LEMBAR PERNYATAAN BUKAN HASIL PLAGIARISME.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
RINGKASAN.....	viii
ABSTRAK.....	xii
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR TABEL.....	xviii
DAFTAR GAMBAR.....	xx
DAFTAR LAMPIRAN.....	xxiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	4
1.3. Tujuan Penelitian .....	5
1.4. Manfaat Penelitian .....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	6
2.1. Tinjauan Tentang Flavonoid .....	6
2.2. Tinjauan Tentang Kalkon.....	8
2.2.1. Tinjauan Tentang Senyawa Kalkon.....	8
2.2.2. Tinjauan Tentang Aktivitas Kalkon .....	8

2.3.	Tinjauan Tentang Metode Sintesis Kalkon .....	12
2.3.1	Sintesis Kalkon Secara Konvensional .....	12
2.3.2	Sintesis Kalkon dengan Gelombang Mikro .....	13
2.4.	Tinjauan Tentang Mekanisme Sintesis Kalkon .....	14
2.4.1.	Kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i> .....	14
2.4.2.	Tata Ulang <i>Fries</i> .....	15
2.4.3.	<i>Carbonylative Heck Coupling</i> .....	15
2.4.4.	Reaksi Pasangan <i>Suzuki</i> .....	16
2.5.	Tinjauan Tentang Gelombang Mikro .....	17
2.6.	Tinjauan Tentang Bahan Penelitian .....	19
2.6.1	Asetofenon .....	19
2.6.2	2,4-dimetoksiasetofenon .....	19
2.6.3	Benzaldehida .....	20
2.6.4	2-metoksibenzaldehida .....	20
2.7.	Tinjauan Tentang Rekrystalisasi .....	20
2.8.	Tinjauan Tentang Kemurnian Senyawa .....	21
2.8.1	Tinjauan Tentang Kromatografi Lapis Tipis (KLT) .....	21
2.8.2	Tinjauan Tentang Jarak Lebur .....	22
2.9	Tinjauan Tentang Identifikasi Struktur Senyawa .....	22
2.9.1	Tinjauan Tentang Spektroskopi IR .....	22
2.9.2	Tinjauan Tentang Spektroskopi UV-Vis .....	25
2.9.3	Tinjauan Tentang Spektroskopi $^1\text{H}$ NMR .....	27
BAB III KERANGKA KONSEPTUAL .....		29
3.1.	Kerangka Konseptual Penelitian .....	29
3.2.	Hipotesis Penelitian .....	32
BAB IV METODE PENELITIAN .....		33
4.1.	Bahan dan Alat .....	33
4.1.1.	Bahan .....	33

4.1.2. Alat .....	33
4.2. Tahapan Kerja Penelitian.....	34
4.3. Optimasi Kondisi Sintesis.....	34
4.4. Sintesis Khalkon .....	35
4.5 Sintesis 2-metoksikhalkon .....	35
4.6 Sintesis 2,4-dimetoksikhalkon .....	36
4.7 Sintesis 2,2',4-trimetoksikhalkon .....	37
4.8 Uji Kemurnian dan Identifikasi Senyawa .....	38
4.8.1 Kromatografi Lapis Tipis .....	38
4.8.2 Titik Lebur .....	39
4.8.3 Identifikasi senyawa dengan spektrofotometri Uv .....	40
4.8.4 Identifikasi senyawa dengan spektrofotometri IR .....	40
4.8.5 Identifikasi senyawa dengan spektrofotometri <sup>1</sup> H NMR ..40	
BAB V DATA HASIL PENELITIAN .....	41
5.1 Optimasi kondisi sintesis .....	41
5.2 Sintesis khalkon.....	41
5.2.1 Hasil sintesis senyawa khalkon .....	41
5.2.2 Uji kemurnian senyawa khalkon dengan KLT .....	42
5.2.3 Uji kemurnian senyawa khalkon dengan penentuan titik lebur .....	43
5.2.4 Identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri Uv .....	44
5.2.5 Identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri IR .....	44
5.2.6 Identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri HNMR .....	46



5.3 Sintesis 2-metoksikhalkon .....	47
5.3.1 Hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon.....	47
5.3.2 Uji kemurnian senyawa 2-metoksikhalkon dengan KLT ...	48
5.3.3 Uji kemurnian senyawa 2-metoksikhalkon dengan penentuan titik lebur .....	49
5.3.4 Identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv .....	50
5.3.5 Identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri IR.....	51
5.3.6 Identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri HNMR.....	52
5.4 Sintesis 2,4-dimetoksikhalkon .....	54
5.4.1 Hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon .....	54
5.4.2 Uji kemurnian senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan KLT.....	56
5.4.3 Uji kemurnian senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan penentuan titik lebur .....	56
5.4.4 Identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv .....	57
5.4.5 Identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri IR.....	58
5.4.6 Identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri HNMR.....	60
5.5 Sintesis 2,2',4-trimetoksikhalkon .....	61
5.5.1 Hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.....	61
5.5.2 Uji kemurnian senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan KLT.....	63

5.5.3 Uji kemurnian senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan penentuan titik lebur .....	63
5.5.4 Identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv .....	64
5.5.5 Identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri IR .....	65
5.5.6 Identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri HNMR .....	67
BAB VI PEMBAHASAN .....	70
6.1 Sintesis senyawa khalkon dan 2-metoksikhalkon .....	70
6.2 Sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 2,2',4-trimetoksi khalkon .....	72
6.3 Pengaruh gugus metoksi pada sintesis turunan khalkon .....	75
BAB VII KESIMPULAN DAN SARAN .....	77
7.1 Kesimpulan .....	77
7.2 Saran .....	77
DAFTAR PUSTAKA .....	78
LAMPIRAN .....	82

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 5.1 Hasil optimasi kondisi sintesis khalkon .....	41
Tabel 5.2.1 Persen hasil sintesis senyawa khalkon .....	42
Tabel 5.2.2 Data nilai $R_f$ senyawa khalkon .....	43
Tabel 5.2.3 Data jarak lebur senyawa khalkon .....	43
Tabel 5.2.5 Interpretasi data spektrum IR senyawa khalkon .....	45
Tabel 5.2.6 Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa khalkon .....	47
Tabel 5.3.1 Persen hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon .....	48
Tabel 5.3.2 Data nilai $R_f$ senyawa 2-metoksikhalkon .....	49
Tabel 5.3.3 Data jarak lebur senyawa 2-metoksikhalkon .....	49
Tabel 5.3.5 Interpretasi data spektrum IR senyawa 2-metoksi khalkon .....	52
Tabel 5.3.6 Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa 2-metoksi khalkon .....	54
Tabel 5.4.1 Persen hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon .....	55
Tabel 5.4.2 Data nilai $R_f$ senyawa 2,4-dimetoksikhalkon .....	56
Tabel 5.4.3 Data jarak lebur senyawa 2,4-dimetoksikhalkon .....	57

Tabel 5.4.5	Interpretasi data spektrum IR senyawa 2,4-dimetoksi khalkon.....	59
Tabel 5.4.6	Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa 2,4-dimetoksi khalkon.....	61
Tabel 5.5.1	Persen hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon ..	62
Tabel 5.5.2	Data nilai $R_f$ senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon .....	63
Tabel 5.5.3	Data jarak lebur senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon .....	64
Tabel 5.5.5	Interpretasi data spektrum IR senyawa 2,2',4-trimetoksi khalkon.....	66
Tabel 5.5.5	Interpretasi data spektrum HNMR senyawa 2,2',4 -trimetoksikhalkon .....	69
Tabel 6.3	Persentase rata-rata hasil sintesis senyawa turunan khalkon.....	76

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1 Struktur Khalkon.....	1
Gambar 1.2 Reaksi pembentukan senyawa turunan khalkon dengan kondensasi <i>ClaisenSchmidt</i> .....	2
Gambar 2.1 Struktur dasar flavonoid.....	5
Gambar 2.2 Senyawa golongan flavonoid.....	7
Gambar 2.3 Struktur senyawa turunan khalkon sebagai anti bakteri...9	
Gambar 2.4 Senyawa turunan khalkon sebagai antibakteri.....	9
Gambar 2.5 Struktur senyawa khalkon sebagai anti kanker.....	10
Gambar 2.6 Struktur senyawa 2/3/4-nitrokhalkon.....	10
Gambar 2.7 Struktur senyawa khalkon sebagai anti tumor.....	11
Gambar 2.8 Senyawa 1-(-metoksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on.....	11
Gambar 2.9 Senyawa khalkon sebagai antioksidan.....	12
Gambar 2.10 Senyawa khalkon sebagai anti malaria.....	12
Gambar 2.11 Mekanisme reaksi aldol silang dalam suasana basa.....	14
Gambar 2.12 Pembentukan khalkon dengan metode Tata ulang <i>Fries</i> ..	15
Gambar 2.13 Pembentukan khalkon dengan <i>Carbonylative Heck Coupling</i> .....	16

Gambar 2.14 Pembentukan khalkon dengan metode reaksi pasangan <i>Suzuki</i> .....	16
Gambar 2.15 Mekanisme polarisasi dipolar.....	18
Gambar 2.16 Mekanisme konduksi .....	18
Gambar 2.17 Senyawa Asetofenon.....	19
Gambar 2.18. Senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon.....	19
Gambar 2.19 Senyawa benzaldehida .....	19
Gambar 2.20 Senyawa 2-metoksibenzaldehida .....	20
Gambar 2.21 Daerah serapan inframerah .....	23
Gambar 2.22 Daftar karakteristik pita IR pada beberapa gugus fungsi .	24
Gambar 2.23 Pembagian daerah absorpsi IR .....	24
Gambar 2.24 Spektrum IR senyawa turunan khalkon .....	25
Gambar 2.25 Daerah sinar ultra violet.....	26
Gambar 2.26 Spektrum Uv senyawa turunan khalkon.....	27
Gambar 2.27 Spektrum <sup>1</sup> H NMR senyawa turunan khalkon .....	28
Gambar 3.1 Kerangka konseptual.....	31
Gambar 5.2.1 Hasil sintesis senyawa khalkon.....	42
Gambar 5.2.4 Spektrum Uv senyawa khalkon.....	44
Gambar 5.2.5 Spektrum IR senyawa khalkon.....	45

Gambar 5.2.6 Spektrum resonansi magnetik proton (H-NMR) senyawa khalkon.....	46
Gambar 5.3.1 Hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon.....	47
Gambar 5.3.4 Spektrum Uv senyawa 2-metoksikhalkon.....	50
Gambar 5.3.5 Spektrum IR senyawa 2-metoksikhalkon.....	51
Gambar 5.3.6 Spektrum resonansi magnetik proton (H-NMR) senyawa 2-metoksikhalkon.....	53
Gambar 5.4.1 Hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon.....	55
Gambar 5.4.4 Spektrum Uv senyawa 2,4-dimetoksikhalkon.....	58
Gambar 5.4.5 Spektrum IR senyawa 2,4-dimetoksikhalkon.....	59
Gambar 5.4.6 Spektrum resonansi magnetik proton (H-NMR) senyawa 2,4-dimetoksikhalkon.....	60
Gambar 5.5.1 Hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.....	62
Gambar 5.5.4 Spektrum Uv senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.....	65
Gambar 5.5.5 Spektrum IR senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.....	66
Gambar 5.5.6 Spektrum resonansi magnetik proton (H-NMR) senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.....	68
Gambar 6.3 Mekanisme reaksi aldol silang.....	76

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Contoh perhitungan .....	82
2. Hasil KLT .....	83
3. Skema Kerja Sintesis Khalkon .....	84
4. Skema Kerja Sintesis 2-metoksikhalkon .....	85
5. Skema Kerja Sintesis 2,4-dimetoksikhalkon .....	86
6. Skema Kerja Sintesis 2,2',4-trimetoksikhalkon .....	87
7. Spektrum Uv senyawa khalkon dan 2-metoksikhalkon .....	88
8. Spektrum Uv senyawa 2,4 - dimetoksikhalkon dan 2,2',4 - trimetoksikhalkon .....	89
9. Spektrum IR khalkon .....	90
10. Spektrum IR 2 - metoksikhalkon .....	91
11. Spektrum IR 2,4 - dimetoksikhalkon .....	92
12. Spektrum IR 2,2',4 - trimetoksikhalkon .....	93
13. Spektrum HNMR khalkon perbesaran 1 .....	94
14. Spektrum HNMR khalkon perbesaran 2 .....	95
15. Spektrum HNMR 2 - metoksikhalkon perbesaran 1 .....	96
16. Spektrum HNMR 2 - metoksikhalkon perbesaran 2 .....	97
17. Spektrum HNMR 2,4 - dimetoksikhalkon perbesaran 1 .....	98
18. Spektrum HNMR 2,4 - dimetoksikhalkon perbesaran 2 .....	99
19. Spektrum HNMR 2,2',4 – trimetoksikhalkon perbesaran 1 .....	100
20. Spektrum HNMR 2,2',4–trimetoksikhalkon perbesaran 2 .....	101



## BAB I

### PENDAHULUAN

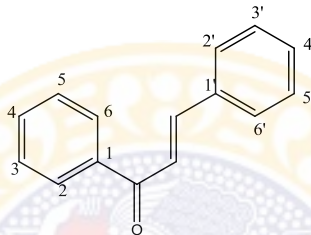
#### 1.1 Latar Belakang

Antibiotik adalah zat yang dihasilkan oleh suatu mikroba, terutama fungi, yang dapat menghambat atau membasmi mikroba jenis lain (Syarif, *et al.*, 2007). Salah satu masalah yang timbul dari penggunaan obat-obatan antibiotik yaitu adanya resistensi mikroorganisme terhadap obat ini.

Dampak yang ditimbulkan dari resistensi antibiotik antara lain yaitu waktu pengobatan menjadi lebih lama, maupun gagalnya pengobatan yang dapat mengakibatkan kematian. Untuk mengatasi hal tersebut, dilakukan pengawasan terhadap penggunaan antibiotik untuk meminimalisir penyalahgunaan antibiotik. Penggunaan antibiotik yang terkendali dapat mencegah adanya resistensi terhadap antibiotika (Umar, *et al.*, 2011). Selain itu, untuk mengatasi adanya resistensi mikroba terhadap antibiotik maka dilakukan pengembangan obat baru dengan mencari sumber senyawa penghasil antibiotik baru (Harmawan, *et al.*, 2012).

Pengembangan antibiotik baru yang dilakukan untuk mengatasi resistensi mikroorganisme terhadap antibiotik sebelumnya dapat dilakukan secara sintetik maupun semisintetik (Syarif, *et al.*, 2007). Salah satu cara untuk memenuhi kebutuhan pengembangan obat baru yaitu dengan melakukan sintesis senyawa. Salah satu senyawa yang dapat digunakan sebagai antimikroba yaitu senyawa khalkon. Penelitian tentang khalkon sudah banyak dilakukan, namun untuk memberikan informasi yang lebih banyak mengenai khalkon maka penelitian ini tetap dilakukan.

Khalkon (1,3-difenilprop-2-en-1-on) merupakan senyawa golongan flavonoid yang ditemukan dalam tanaman buah dan sayur (Aksoz, *et al.*, 2011). Khalkon mempunyai kerangka karbon C6-C3-C6 dan merupakan senyawa golongan flavonoid minor. Khalkon memiliki dua cincin benzen yang terhubung oleh tiga atom karbon  $\alpha, \beta$ -karbonil tak jenuh (Patil, *et al.*, 2009).



Gambar 1.1 Struktur Khalkon

Senyawa khalkon memiliki berbagai aktivitas farmakologi diantaranya yaitu sebagai anti jamur (Balkrishna, *et al.*, 2011), anti bakteri (Dragana, *et al.*, 2014 ; Ansari, *et al.*, 2009), anti inflamasi (Abraham, *et al.*, 2013), antikanker (Suvitha, *et al.*, 2012), anti tumor (Echeverria, *et al.*, 2009), antimalaria (Suwito, *et al.*, 2014), dan sebagai anti oksidan (Zhang Wu, *et al.*, 2014).

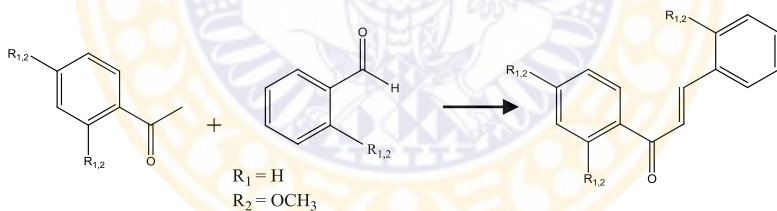
Senyawa khalkon dapat disintesis dengan berbagai cara antara lain kondensasi *Claisen-Schmidt*, tata ulang *Fries*, alkilasi *Friedel-Craft*, dan reaksi pasangan *Suzuki*. Dari berbagai metode sintesis tersebut, metode kondensasi *Claisen-Schmidt* merupakan metode yang paling umum digunakan untuk sintesis senyawa khalkon.

Kondensasi *Claisen-Schmidt* merupakan reaksi kondensasi dari senyawa aldehida dan keton dengan menggunakan katalis asam maupun basa diikuti dehidrasi untuk meningkatkan senyawa khalkon yang dihasilkan (Rahman, *et al.*, 2012; Patil, *et al.*, 2009). Kondensasi *Claisen-*

*Schmidt* merupakan metode yang dapat digunakan dalam preparasi dari senyawa khalkon (Srivastava, 2008).

Berbagai metode inovatif dirancang untuk meningkatkan reaksi kimia. Salah satunya yaitu dengan menggunakan gelombang mikro. Penggunaan gelombang mikro memiliki beberapa keunggulan dibanding teknik pemanasan yang konvensional yaitu untuk menambah kecepatan reaksi kimia sehingga waktu reaksi lebih singkat dibanding dengan metode konvensional (Bhuiyan, *et al.*, 2011; Srivastava, 2008).

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis senyawa turunan khalkon melalui kondensasi *Claisen-Schmidt*. Penelitian ini dilakukan untuk membandingkan hasil sintesis senyawa turunan khalkon menggunakan asetofenon dan turunannya (2,4-dimetoksiasetofenon) direaksikan dengan benzaldehida dan turunannya (2-metoksibenzaldehida). Berikut adalah gambar reaksi kondensasi yang akan dilakukan :



Gambar 1.2 Reaksi pembentukan senyawa turunan khalkon dengan kondensasi *Claisen-Schmidt*

Pada sintesis senyawa khalkon, asetofenon direaksikan dengan benzaldehida, sedangkan pada sintesis 2-metoksikhalkon, benzaldehida diganti dengan 2-metoksibenzaldehida. Untuk sintesis 2,4-dimetoksikhalkon yang digunakan adalah 2,4-dimetoksiasetofenon dan benzaldehida. Begitu pula dengan sintesis senyawa 2,2',4-

trimetoksikhalkon, senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon tidak direaksikan dengan benzaldehida namun direaksikan dengan 2-metoksibenzaldehida. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh gugus metoksi terhadap persentase senyawa yang dihasilkan dalam kondisi yang sama. Sintesis ini dilakukan dalam suasana basa dengan menggunakan katalis NaOH dan menggunakan metode radiasi gelombang mikro agar waktu reaksi lebih singkat, hasil reaksi yang lebih murni, produk yang dihasilkan banyak ( Bhuiyan, *et al.*, 2011).

Untuk mengetahui selesainya reaksi, sintesis diamati dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dan mengamati titik lebur senyawa yang dihasilkan untuk menguji kemurnian senyawa (Mohan., *et al.*, 2010). Struktur dari hasil sintesis senyawa khalkon dapat diidentifikasi dengan menggunakan Spektrofotometri IR (Infra Merah), Spektrofotometri UV (Ultraviolet) dan spektroskopi NMR (Resonansi Magnetik Inti).

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Apakah substituen gugus metoksi pada 2-metoksibenzaldehida dapat meningkatkan persentase hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon dibandingkan dengan persentase hasil sintesis senyawa khalkon pada kondisi yang sama ?
2. Apakah substituen gugus metoksi pada 2-metoksibenzaldehida dapat meningkatkan persentase hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dibandingkan dengan persentase hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon pada kondisi yang sama?

3. Apakah substituen gugus metoksi pada 2,4-dimetoksiasetofenon dapat meningkatkan persentase hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dibandingkan dengan persentase hasil sintesis senyawa khalkon pada kondisi yang sama ?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

1. Menentukan pengaruh substituen gugus metoksi pada 2-metoksibenzaldehida terhadap sintesis senyawa 2-metoksikhalkon berdasarkan persen hasil sintesis.
2. Menentukan pengaruh substituen gugus metoksi pada 2-metoksibenzaldehida terhadap sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon berdasarkan persen hasil sintesis.
3. Menentukan pengaruh substituen gugus metoksi pada 2,4-dimetoksiasetofenon terhadap sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon berdasarkan persen hasil sintesis.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

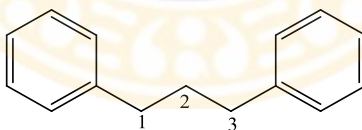
Dengan adanya penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang sintesis senyawa khalkon dari senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon dan 2-metoksibenzaldehida agar dapat digunakan untuk pengembangan obat baru dengan berbagai aktivitas yang dimilikinya.

**BAB II****TINJAUAN PUSTAKA****2.1 Tinjauan Tentang Flavonoid**

Flavonoid merupakan salah satu kelompok senyawa metabolit sekunder yang paling banyak ditemukan di dalam jaringan tumbuhan. Senyawa flavonoid banyak ditemukan di bagian batang, daun, bunga, dan biji-bijian (Aksoz, *et al.*, 2011).

Flavonoid dalam bunga berfungsi untuk memberikan warna yang menarik. Pada daun, flavonoid berfungsi sebagai perlindungan terhadap patogen jamur maupun melindungi dari radiasi sinar UV-B. Flavonoid yang terdapat pada tanaman berfungsi untuk membantu penyerbukan maupun fotosintesis (Kumar, *et al.*, 2013).

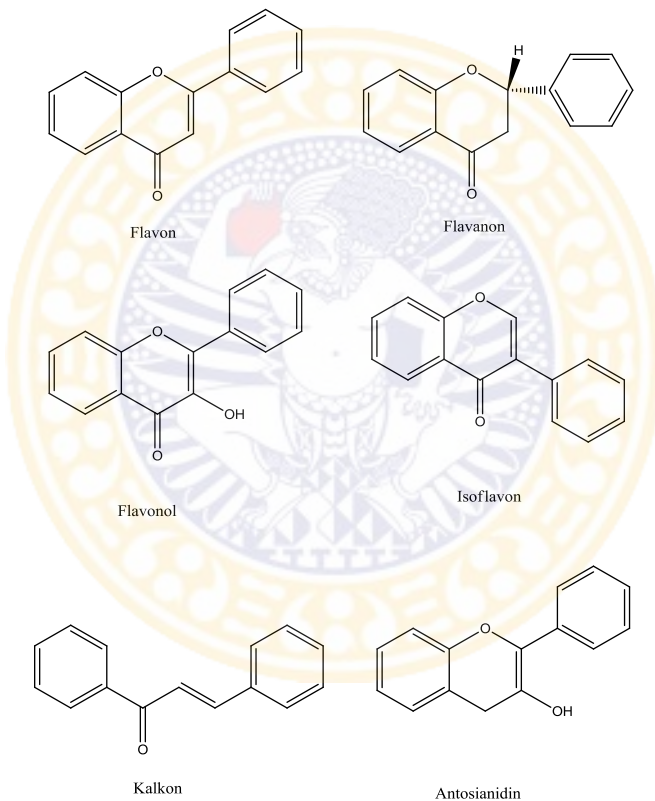
Senyawa flavonoid merupakan senyawa dengan kerangka karbon C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>, dimana terdapat tiga atom karbon yang menghubungkan dua atom benzena tersubstitusi. Struktur dasar flavonoid dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur dasar flavonoid

Senyawa flavonoid dibagi dalam beberapa golongan berdasarkan perbedaan struktur pada kerangka karrbon, antara lain yaitu flavon, flavanon, flavonol, isoflavon, khalkon, dan antosianidin (gambar 2.2).

Berdasarkan penelitian, flavonoid memiliki berbagai aktivitas farmakologi antara lain yaitu sebagai antioksidan, hepatoprotektif, anti bakteri, anti inflamasi, dan sebagai anti kanker (Kumar, *et al.*, 2013).



Gambar 2.2 Senyawa golongan flavonoid

## 2.2 Tinjauan Tentang Khalkon

### 2.2.1. Tinjauan Tentang Senyawa Khalkon

Khalkon (1,3-diarylprop-2-en-1-on) merupakan senyawa golongan flavonoid yang ditemukan dalam tanaman buah dan sayur dan merupakan senyawa golongan flavonoid minor. Khalkon ditemukan pada tanaman *Glycyrrhiza*, *Angelica*, *Ruscus* dan *Piper* yang biasa digunakan sebagai obat di Asia, Afrika, dan Amerika Selatan (Aksoz, 2011).

Khalkon merupakan senyawa yang mempunyai kerangka karbon C6-C3-C6. Khalkon memiliki dua cincin benzena yang terhubung oleh tiga atom karbon  $\alpha,\beta$ -karbonil tak jenuh (Patil, *et al.*, 2009). Beberapa turunan khalkon digunakan sebagai pemanis, obat-obatan dan sebagai tabir surya (Jayapal, *et al.*, 2010).

Khalkon mempunyai rumus molekul  $C_{15}H_{12}O$  dengan berat molekul 208,26. Khalkon berbentuk kristal berwarna kuning dengan titik lebur  $57-58^{\circ}C$  dan titik didih  $345-348^{\circ}C$ . Kelarutan khalkon yaitu sangat larut dalam eter, kloroform, karbon bisulfit, benzene, sedikit larut dalam alkohol.

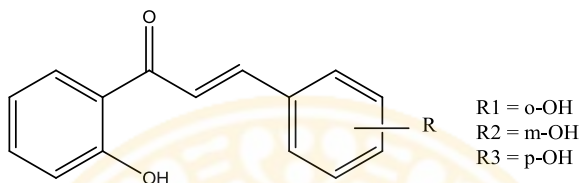
### 2.2.2. Tinjauan Tentang Aktivitas Khalkon

Senyawa khalkon merupakan senyawa yang telah diteliti memiliki beberapa efek farmakologis. Beberapa senyawa turunan khalkon yang telah dilaporkan memiliki efek farmakologis yaitu antara lain :



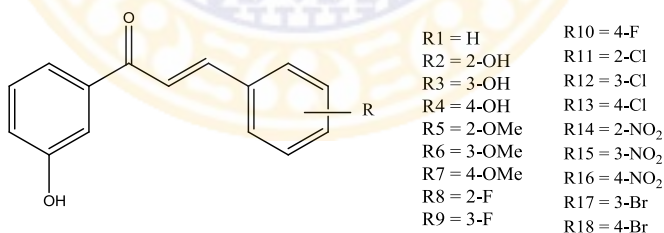
## a. Anti bakteri

Dragana, 2014, melaporkan bahwa senyawa turunan khalkon yang disintesis dari 2-hidroksiasetofenon dengan benzaldehid tersubstitusi gugus hidroksi pada posisi orto, meta, dan para memiliki aktivitas sebagai anti bakteri (gambar 2.3).



Gambar 2.3. Struktur senyawa turunan khalkon sebagai anti bakteri

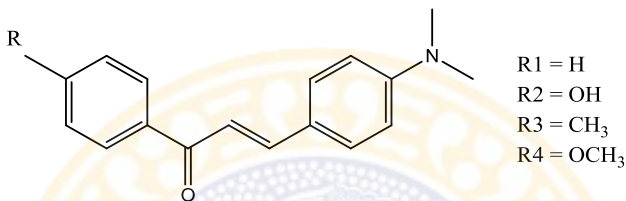
Ansari, 2009, juga melakukan penelitian terhadap senyawa turunan khalkon dengan aktivitas sebagai anti bakteri (gambar 2.4). Hasil dari penelitiannya menyebutkan bahwa aktivitas senyawa khalkon sebagai antibakteri paling baik jika memiliki gugus lipofilik seperti bromo dan kloro. Urutan aktivitas khalkon sebagai antibakteri berdasarkan substituen yang dimiliki yaitu  $X > OH > OMe > NO_2$ , dimana X adalah floro, kloro, dan bromo.



Gambar 2.4. senyawa turunan khalkon sebagai antibakteri

## b. Anti kanker

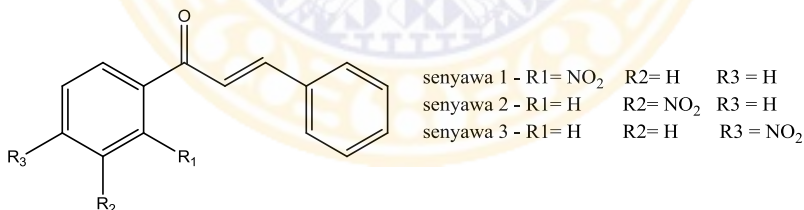
Suvitha, 2012, melakukan uji aktivitas terhadap senyawa turunan khalkon sebagai anti kanker. Ia melaporkan aktivitas senyawa turunan khalkon 3-(4-(dimetilamino)fenil)-1-(4-hidroksifenil)prop-2-en-1-on dan 3-(4-(dimetilamino)fenil)-1-(4-metoksifenil)prop-2-en-1-on berfungsi sebagai anti kanker.



Gambar 2.5 Struktur senyawa khalkon sebagai anti kanker

## c. Anti inflamasi

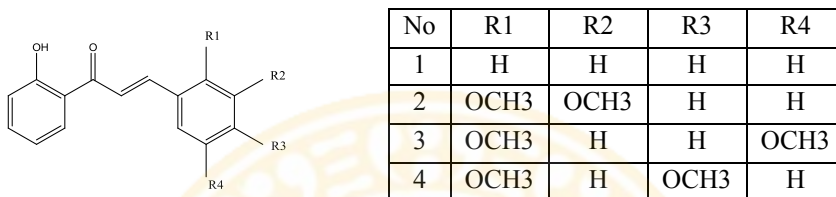
Abraham, pada tahun 2013 melaporkan aktivitas khalkon dalam penelitiannya yang berjudul “*synthesis and anti inflammatory activity of three chalcones*”. Adanya gugus amino pada posisi orto menunjukkan efektifitas sebagai anti inflamasi lebih besar dibandingkan pada posisi lain.



Gambar 2.6 Struktur senyawa 2/3/4-nitrokhalkon

## d. Anti tumor

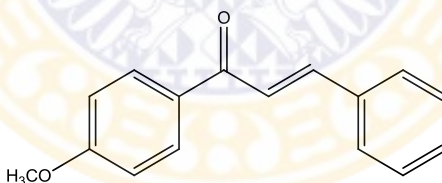
Echeverria, 2009, melaporkan penelitiannya terhadap senyawa turunan khalkon memiliki aktivitas sebagai anti tumor. Dari penelitiannya disebutkan bahwa senyawa 2-hidroksikhalkon memiliki aktivitas anti paling efektif dibanding yang lain.



Gambar 2.7 Struktur senyawa khalkon sebagai anti tumor

## e. Anti tuberkulosis

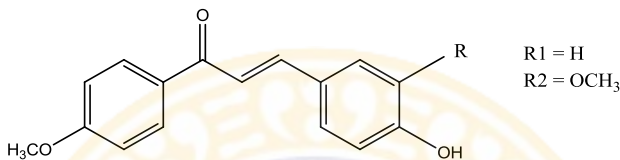
Ventura, 2015, memfokuskan penelitian terhadap khalkon tersubstitusi untuk mengetahui aktivitas senyawa khalkon sebagai anti tuberkulosis. Senyawa 1-(4-metoksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on memiliki aktivitas sebagai anti tuberkulosis.



Gambar 2.8 Senyawa 1-(4-metoksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on

## f. Anti oksidan

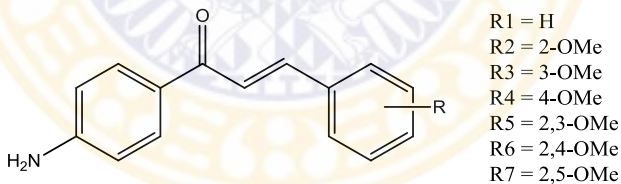
Zhang Wu, 2014, melaporkan penelitiannya terhadap senyawa turunan khalkon sebagai antioksidan. Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-(4-metoksifenil)prop-2-en-1-on memiliki aktivitas sebagai anti oksidan. Adanya gugus metoksi pada posisi meta dapat melindungi terhadap efek oksidasi.



Gambar 2.9 senyawa khalkon sebagai anti oksidan

## g. Anti malaria

Suwito, 2014, melakukan sintesis turunan khalkon sebagai anti malaria melalui kondensasi *Claisen-Schmidt*. Ia melaporkan bahwa senyawa turunan khalkon dengan substituen gugus amino memiliki aktivitas sebagai anti malaria.



Gambar 2.10 senyawa khalkon sebagai anti malaria

## 2.3. Tinjauan Tentang Metode Sintesis Khalkon

### 2.3.1. Sintesis Khalkon Secara Konvensional

Suvitha, 2012, melakukan sintesis senyawa khalkon secara konvensional. Ia mereaksikan asetofenon tersubstitusi (0,01mol) dengan aldehid tersubstitusi (0,01mol) dan dicampur dengan etanol sebanyak 40 ml

di Erlenmeyer sambil direndam dalam es. Campuran tersebut kemudian ditambah dengan larutan NaOH 60% sebanyak 10 ml, kemudian diaduk selama 30 menit. Kemudian campuran didiamkan selama 2-3 jam pada suhu ruang. Campuran ditambah dengan 40 ml air dingin dan HCl 2N kemudian dicek pH dengan kertas lakmus. Setelah itu ditambah air dingin sambil disaring. Hasil saringan dikeringkan dan rekristalisasi dengan metanol.

Choudhary, 2011, melakukan sintesis senyawa khalkon melalui kondensasi *Claisen-Schmidt* dengan katalis basa. Campuran turunan benzaldehida (0,01 mol) dan turunan asetofenon (0.01 mol) dilarutkan dengan etanol 10 ml dalam Erlenmeyer 250 ml sambil diaduk dengan magnetik stirer. Kemudian ditambahkan 10 ml larutan NaOH (1 g dalam 100 ml H<sub>2</sub>O) dan setelah diaduk dengan cepat selama 30 menit, larutan akan menjadi keruh. Suhu reaksi dijaga antara 20-25° C dengan air dingin sambil diaduk dengan magnetik stirer. Setelah diaduk selama 4-5 jam, campuran reaksi dinetralkan dengan HCl 0,1-0,2 N untuk membentuk endapan. Hasil reaksi disaring, kemudian dikeringkan lalu direkristalisasi dengan etanol. Sisa pengotor dihilangkan dengan kromatografi kolom (silika gel dengan 10% etil asetat dalam heksan) untuk mendapatkan senyawa khalkon murni.

### **2.3.2. Sintesis Khalkon dengan Gelombang Mikro**

Bhuiyan, 2011, melaporkan telah melakukan sintesis senyawa khalkon dengan bantuan gelombang mikro. campuran senyawa antara metil keton dan aldehyd aromatis ditambahkan dengan larutan NaOH 40% dalam erlenmeyer. Kemudian erlenmeyer ditutup dengan corong, lalu dimasukkan ke dalam microwave. Campuran diradiasi dengan gelombang mikro pada daya sekitar 160-320 watt selama 1-2 menit. Reaksi diamati dengan KLT setiap 30 detik menggunakan eluen n-heksan : etil asetat dengan

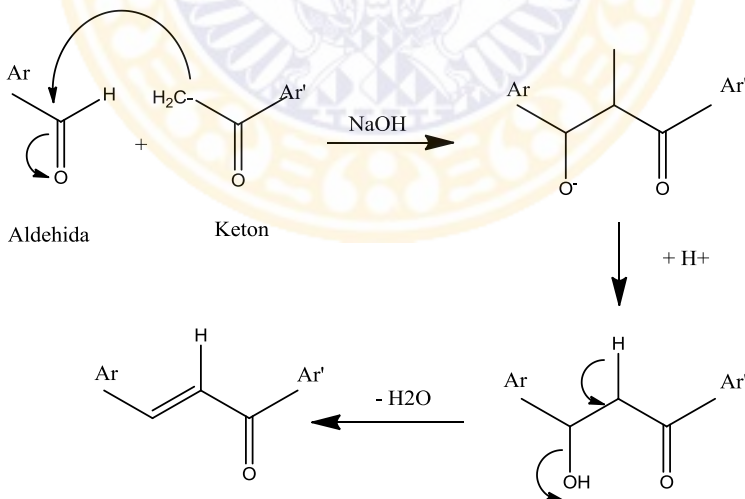
perbandingan 7 : 1. Hasil reaksi didinginkan dan didapatkan bentuk padatan. Setelah itu direkristalisasi dengan campuran pelarut etil asetat dan n-heksan.

## 2.4 Tinjauan Tentang Mekanisme Sintesis Khalkon

### 2.4.1 Kondensasi *Claisen-Schmidt*

Kondensasi aldol merupakan reaksi adisi nukleofilik dari ion enolat terhadap gugus karbonil dengan hasil reaksi  $\beta$ -hidroksi keton atau  $\beta$ -hidroksi aldehida, dimana senyawa enolat dan gugus karbonil yang diserang adalah dua senyawa yang sama. Syarat agar dapat melakukan kondensasi aldol yaitu aldehida harus mempunyai  $H\alpha$  sehingga dapat membentuk ion enolat dalam basa.

Jika aldehida tidak memiliki  $H\alpha$ , maka dapat terjadi kondensasi aldol silang dengan cara mencampur aldehida lain yang mempunyai  $H\alpha$ . Reaksi kondensasi aldol silang yang menggunakan aldehida aromatik dan aril keton atau alkil keton disebut sebagai reaksi kondensasi *Claisen-schmidt*.

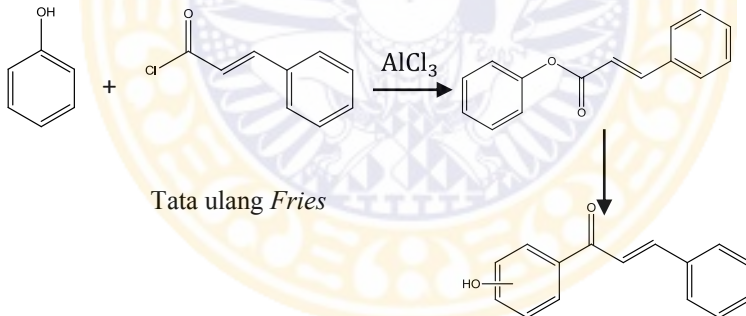


Gambar 2.11 Mekanisme reaksi aldol silang dalam suasana basa

Kondensasi aldol silang dapat dilakukan dengan katalis asam maupun katalis basa (Budimarwanti, 2010). Katalis asam yang biasa digunakan yaitu HCl, AlCl<sub>3</sub>, BF<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sedangkan untuk katalis basa yang biasa digunakan yaitu NaOH, Ba(OH)<sub>2</sub>, NH<sub>4</sub>Cl, OEt<sub>2</sub>, BiCl<sub>3</sub> (Budimarwanti, 2010; Rayar, *et al.*, 2015).

#### 2.4.2 Tata ulang Fries

Senyawa turunan khalkon dapat dibuat melalui tata ulang *Fries* dengan cara mereaksikan asam sinamat dengan fenol sehingga terbentuk senyawa fenil sinamat. Senyawa fenil sinamat memiliki gugus asil (sinamoil) yang mana pada tata ulang *Fries* akan membentuk dua senyawa khalkon, orto dan para-hidroksikhalkon. Dalam reaksi ini, yang digunakan sebagai katalis yaitu AlCl<sub>3</sub> anhidrat (Ismiyarto, *et al.*, 2002). Mekanisme reaksinya tata ulang *Fries* dapat dilihat pada gambar 2.12.

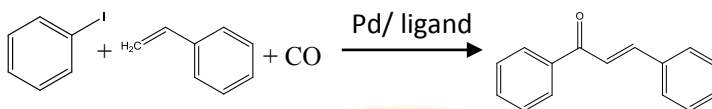


Gambar 2.12 Pembentukan khalkon dengan metode tata ulang *Fries*

#### 2.4.3 Carbonylative Heck Coupling

Senyawa turunan khalkon dapat dibuat melalui metode *Carbonylative Heck Coupling* dengan mereaksikan senyawa aril halida dan stirena dengan karbon monoksida. Pada reaksi pembentukan senyawa turunan khalkon ini, digunakan iodo-benzena dan stirena dengan karbon

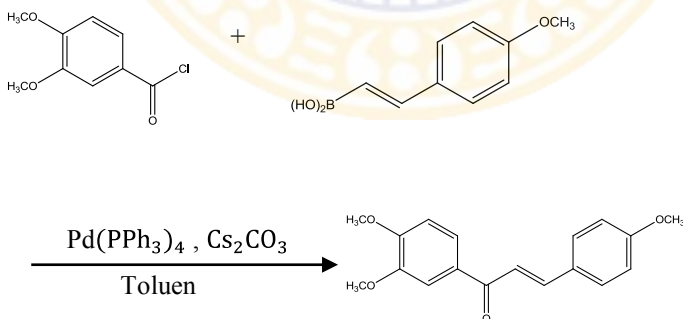
monoksida. Katalis yang digunakan dalam reaksi ini yaitu palladium dan ligan (fosfat, amina, karbena n-heterosiklik) (Dyrager, 2012). Mekanisme reaksi pembentukan khalkon dengan metode *Carbonylative Heck Coupling* dapat dilihat pada gambar 2.13.



Gambar 2.13 Pembentukan khalkon dengan *Carbonylative Heck Coupling*

#### 2.4.4 Reaksi pasangan *Suzuki*

Senyawa turunan khalkon dapat disintesis melalui metode reaksi pasangan *Suzuki* dengan cara mereaksikan asam stirilboronat dengan benzoil klorida. Pada reaksi ini digunakan 3,4-dimetoksibenzoil klorida dan asam 4-metoksistirilboronat. Katalis yang digunakan dalam reaksi ini yaitu tetrakis(trifenilfosfin)palladium ( $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$ ),  $\text{Cs}_2\text{CO}_3$ , dan toluen anhidrat (Selepe, *et al.*, 2013). Mekanisme pembentukan senyawa khalkon dengan metode reaksi pasangan *Suzuki* dapat dilihat pada gambar 2.14.



Gambar 2.14 Pembentukan khalkon dengan metode reaksi pasangan *Suzuki*

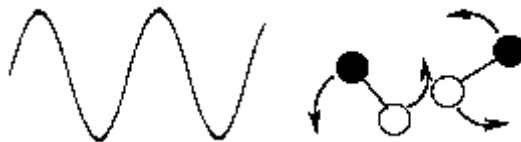


## 2.5. Tinjauan Tentang Gelombang Mikro

Gelombang mikro merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki frekuensi antara 0,3 – 300 GHz. Pada spektra elektromagnetik, radiasi gelombang mikro berada di antara radiasi inframerah dan gelombang radio. Gelombang mikro mempunyai panjang gelombang 1 mm-1m (Lidstrom, *et al.*, 2001).

Energi yang terdapat pada gelombang mikro bersifat non pengion sehingga tidak menyebabkan perubahan struktur molekul senyawa yang dipanaskan. Efek pemanasan yang digunakan dalam gelombang mikro disebabkan adanya polarisasi dielektrik. Ketika molekul disinari gelombang mikro, molekul berusaha untuk menyesuaikan diri dengan mengubah bidang sehingga energi dapat diserap. Kemampuan suatu senyawa untuk menyerap energi elektromagnetik menjadi energi panas tergantung konstanta dielektrik yang dimiliki oleh senyawa tersebut. Semakin besar konstanta dielektrik suatu senyawa maka semakin mudah senyawa tersebut untuk menyerap energi. Oleh karena itu, pelarut seperti air, metanol, aseton, etil asetat dan lainnya yang memiliki konstanta dielektrik yang tinggi dapat dipanaskan dengan cepat ketika disinari oleh gelombang mikro. Untuk senyawa seperti heksana, toluena dan senyawa lain dengan konstanta dielektrik rendah membutuhkan waktu yang cukup lama saat disinari dengan gelombang mikro (Belwal, 2013).

Terdapat dua mekanisme pemanasan pada gelombang mikro, yaitu mekanisme polarisasi dipolar dan mekanisme konduksi. Pada mekanisme polarisasi dipolar, bahan yang digunakan harus memiliki momen dipolar agar dapat menghasilkan panas saat diiradiasi dengan gelombang mikro. Molekul dipolar peka terhadap medan listrik eksternal sehingga akan berotasi untuk menyejajarkan diri dengan medan listrik dan kemudian dapat menimbulkan energi (Gambar 2.15).



Gambar 2.15 Mekanisme polarisasi dwipolar



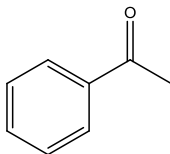
Gambar 2.16 Mekanisme konduksi

Pada mekanisme konduksi terjadi karena ion-ion dalam larutan bergerak akibat pengaruh dari medan listrik sehingga terjadi peningkatan tumbukan yang menyebabkan perubahan energi dari energi kinetik menjadi energi panas (Gambar 2.16).

Penggunaan gelombang mikro memiliki beberapa keunggulan dibanding teknik pemanasan yang konvensional yaitu untuk menambah kecepatan reaksi kimia sehingga waktu reaksi lebih singkat dibanding dengan metode konvensional. Selain itu, penggunaan gelombang mikro dalam reaksi kimia memiliki peran dalam pengembangan “*Green Chemistry*” yaitu dengan bebas pelarut, sedikit limbah, dan energi yang lebih efisien (Bhuiyan, *et al.*, 2011; Lidstrom, *et al.*, 2001; Mohan, *et al.*, 2010; Srivastava, 2008). Kekurangan dari penggunaan *microwave* yaitu pada tingginya biaya yang dikeluarkan untuk teknologi *microwave* (Nuchter, *et al.*, 2004).

## 2.6. Tinjauan Tentang Bahan Penelitian

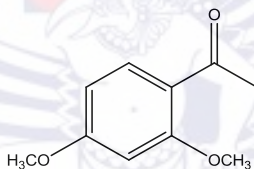
### 2.6.1. Tinjauan Tentang Asetofenon



Gambar 2.17 Senyawa asetofenon

Asetofenon merupakan senyawa dengan rumus molekul  $C_8H_8O$  dengan berat molekul 120,15. Asetofenon merupakan cairan yang memiliki  $d_4^{15} = 1,033$  dan  $n_D^{20} = 1,5339$ .

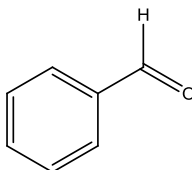
### 2.6.2. Tinjauan Tentang 2,4-dimetoksiasetofenon



Gambar 2.18 Senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon

Senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon merupakan senyawa dengan rumus molekul  $C_{10}H_{12}O_3$  dan berat molekul 180,20. Berbentuk padatan kristal dengan titik leleh  $37 - 40^\circ C$  dan titik didih  $288^\circ C$ .

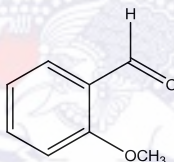
### 2.6.3. Tinjauan Tentang Benzaldehida



Gambar 2.19 Senyawa benzaldehida

Benzaldehida merupakan senyawa dengan rumus molekul  $C_7H_6O$  dan memiliki berat molekul 106,12. Benzaldehida merupakan cairan yang dapat menjadi kuning selama penyimpanan, dan dapat mengalami oksidasi oleh udara menjadi asam benzoat. Benzaldehida mempunyai kelarutan dalam air 3g/L pada suhu  $25^\circ C$ , larut dalam alkohol, eter, aseton, ligroin, asam sulfat pekat, metilamin, dietilamin dan kloroform.  $d_4^{15} = 1,050$ ;  $d_4^{25} = 1,043$ . Benzaldehida mempunyai titik lebur  $-56,5^\circ C$  dan titik didih  $179^\circ C$ . Indeks bias benzaldehida pada suhu  $20^\circ C$  ( $n_D^{20}$ ) yaitu 1,5456.

#### 2.6.4. Tinjauan Tentang 2-metoksibenzaldehida



Gambar 2.20 Senyawa 2-metoksibenzaldehida

Senyawa 2-metoksibenzaldehida memiliki rumus molekul  $C_8H_8O_2$  dengan berat molekul 136,15. Senyawa 2-metoksibenzaldehida berbentuk kristal, padatan, bersifat mengiritasi kulit, mata serta saluran cerna. Titik lebur  $34-40^\circ C$  dan titik didih  $237-238^\circ C$ . Indeks bias senyawa 2-metoksibenzaldehida pada suhu  $20^\circ C$  yaitu  $n_D^{20} = 1,561$ .

#### 2.7. Tinjauan Tentang Rekrystalisasi

Rekrystalisasi merupakan pemurnian suatu zat padat dengan cara melarutkan zat tersebut, kemudian dipanaskan hingga volume larutan berkurang, setelah itu larutan didinginkan. Supaya rekrystalisasi berjalan dengan baik, pengotor larut dalam pelarut rekrystalisasi atau mempunyai kelarutan yang lebih besar dibanding senyawa yang diinginkan. Jika tidak,

kotoran akan ikut mengkristal bersama senyawa yang diinginkan (Stephen, 2004).

Rekristalisasi dapat dilakukan berulang kali untuk mendapatkan kemurnian sesuai dengan yang diinginkan atau tergantung seberapa kotor senyawa yang didapat. Pemilihan pelarut yang akan digunakan untuk rekristalisasi merupakan faktor penting dalam proses rekristalisasi. Pelarut yang akan digunakan untuk rekristalisasi idealnya mempunyai sifat antara lain mampu melarutkan senyawa dalam titik didih pelarut, namun pada suhu kamar tidak melarutkan atau sedikit melarutkan senyawa, kelarutan senyawa dan pengotor dalam pelarut berbeda jauh, mempunyai titik didih yang rendah dan dibawah titik lebur senyawa, tidak toksik dan harganya murah (Stephen, 2004 ; Schoffstall, *et al.*, 2000).

## **2.8. Tinjauan Tentang Kemurnian senyawa**

### **2.8.1. Tinjauan Tentang Kromatografi Lapis Tipis**

Analisis kromatografi lapis tipis dilakukan untuk mengetahui kemurnian senyawa hasil sintesis. Kromatografi lapis tipis merupakan teknik pemisahan campuran berdasarkan polaritasnya. Pemisahan komponen dilakukan berdasarkan partisi fase diam dan fase gerak (Stephen, 2004).

Fase diam yang umum digunakan pada analisis menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) adalah lempeng silika gel. Adsorban lain yang banyak digunakan yaitu alumina, kieselguhr, celite, dan serbuk selulosa.

Pemilihan fase gerak atau eluen dalam kromatografi lapis tipis ini sebaiknya digunakan pelarut campur dengan polaritas rendah. Tujuannya yaitu untuk mengurangi serapan setiap komponen dari pelarut campur

sehingga sampel lebih terikat pada fase diam dari pada fase geraknya (Budimarwanti,2010).

Untuk mengamati noda yang terbentuk pada lempeng KLT, dilakukan pengamatan noda dibawah radiasi sinar ultraviolet (UV) pada panjang gelombang 254 nm atau 365 nm. Parameter yang digunakan untuk menentukan letak noda pada plat KLT yaitu nilai  $R_f$  (*Retardation factor*), yang merupakan hasil bagi antara jarak noda dari titik awal dengan jarak yang ditempuh eluen.

Budimarwanti, 2010, telah melakukan penelitian terhadap sintesis senyawa turunan khalkon. Senyawa turunan khalkon menunjukkan pemisahan yang baik dan menghasilkan noda tunggal serta tidak berekor dengan eluen pelarut campuran antara n-heksana : etil asetat pada perbandingan 4 : 1 .

### **2.8.2. Tinjauan Tentang Jarak Lebur**

Jarak lebur atau suhu lebur zat padat adalah rentang suhu atau suhu pada saat zat padat menyatu dan melebur sempurna. Suhu awal melebur yaitu suhu pada saat zat yang diamati membentuk tetesan pada dinding kapiler, dan suhu akhir yaitu jika zat telah mencair seluruhnya (Depkes RI, 1995).

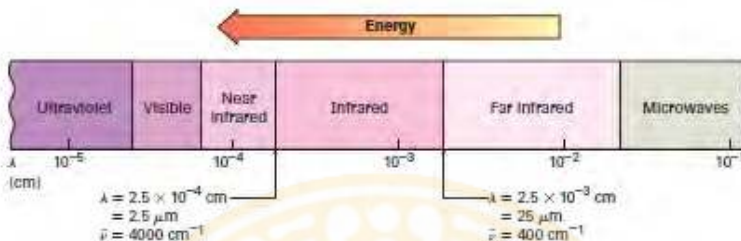
Kemurnian suatu senyawa dapat ditentukan dari jarak lebur yang tidak lebih dari  $0,5-1^{\circ}$  C (Furniss, 1989).

## **2.9. Tinjauan Tentang Identifikasi Struktur Senyawa**

### **2.9.1. Tinjauan Tentang Spektroskopi IR (Infra Merah)**

Spektroskopi inframerah merupakan merupakan suatu metode analisis instrumentasi yang digunakan untuk mengukur serapan radiasi inframerah pada berbagai panjang gelombang (Fessenden dan Fesenden,

1982). Daerah inframerah terletak pada panjang gelombang antara 400 – 4000 nm (Mc. Murry, 2016). Berikut merupakan gambar daerah serapan inframerah.



Gambar 2.21 Daerah serapan inframerah (Mc. Murry, 2016).

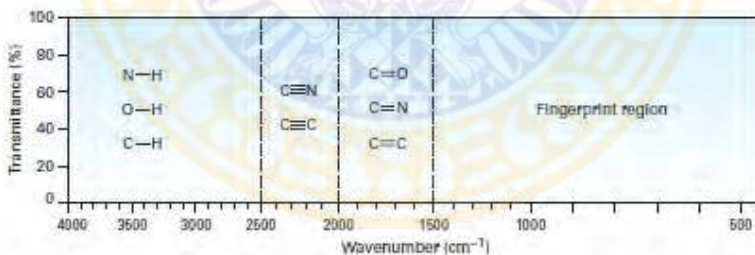
Setiap gugus fungsi pada senyawa memiliki karakteristik pita absorpsi inframerah yang tidak jauh berbeda. Dengan mempelajari dimana karakteristik absorpsi senyawa terjadi, maka akan diketahui struktur suatu senyawa berdasarkan spektrum inframerah. Sebagai contoh, absorpsi C=O dari keton selalu pada rentang  $1680 - 1750 \text{ cm}^{-1}$ , absorpsi O – H pada alkohol dalam rentang  $3400 - 3650 \text{ cm}^{-1}$  (Mc. Murry, 2016). Berikut adalah gambar daftar karakteristik pita IR pada beberapa gugus fungsi (gambar 2.22).

**TABLE 1 Characteristic IR Absorption of Some Functional Groups**

Functional Group	Absorption ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensity	Functional Group	Absorption ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensity
Alkanes			Alkane		
C-H	2850-2950	Medium	N-H	3300-3600	Medium
Alkenes			C-N	1000-1300	Medium
-C-H	3000-3100	Medium	Carbonyl (C=O)	1650-1780	Strong
C=C	1640-1680	Medium	C=C	1600-2000	Strong
Alkyne			Alkyne		
-C-H	3100	Strong	Nitro	1500	Strong
C≡C	2100-2260	Medium	Nitro	1300	Strong
Alkyne			Alkyne		
C≡C	2100-2260	Strong	C≡N	2200-2280	Medium
C≡N	2200-2280	Medium	Nitro		
Alcohol			Nitro		
O-H	3400-3600	Strong, broad	Nitro	1500	Strong
C-O	1000-1300	Strong	Nitro	1300	Strong
Aldehyde			Nitro	1300	Strong
O-H	3400-3600	Strong, broad	Nitro	1300	Strong
C=O	1650-1780	Strong	Nitro	1300	Strong
Amine			Nitro	1300	Strong
C-N	1000-1300	Medium	Nitro	1300	Strong
Nitro			Nitro	1300	Strong
C-H	2850-2950	Medium	Nitro	1300	Strong
Nitro			Nitro	1300	Strong
Nitro			Nitro	1300	Strong
Nitro			Nitro	1300	Strong

Gambar 2.22 Daftar karakteristik pita IR pada beberapa gugus fungsi (Mc. Murry, 2016)

Untuk membantu dalam mengingat posisi absorpsi dari serapan inframerah, daerah absorpsi IR dibagi menjadi empat daerah antara  $4000 \text{ cm}^{-1}$  sampai  $400 \text{ cm}^{-1}$ . Berikut adalah gambar keempat daerah absorpsi IR tersebut (gambar 2.23).

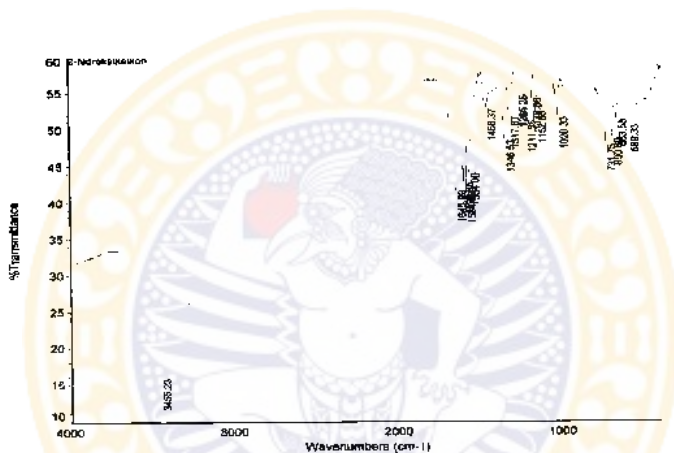


Gambar 2.23 Pembagian daerah absorpsi IR (Mc. Murry, 2016)

Daerah antara  $1400-4000 \text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah khusus yang berguna untuk mengidentifikasi gugus fungsional. Daerah  $1000-1400 \text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah sidik jari yang biasanya memiliki serapan beragam. Daerah sidik jari spesifik untuk setiap senyawa organik (Fessenden dan Fessenden, 1982).



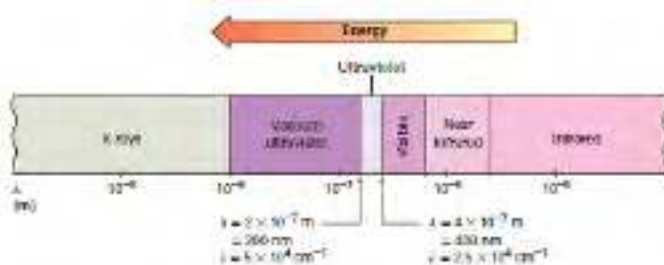
Struktur senyawa khalkon yang terbentuk dapat diidentifikasi dengan menggunakan spektroskopi infra merah. Spektrum IR turunan khalkon pada umumnya menunjukkan frekuensi vibrasi khas untuk gugus C=O sekitar  $1620 - 1660 \text{ cm}^{-1}$  dan gugus C=C sekitar  $1536- 1599 \text{ cm}^{-1}$ , substituen pada posisi orto yang terikat di cincin aromatik muncul pada daerah  $731 \text{ cm}^{-1}$  dan gugus fenolik pada bilangan gelombang  $3215; 3420 \text{ cm}^{-1}$  (Eryanti, 2010; Budimarwanti, 2010).



Gambar 2.24 Spektrum IR senyawa 2-hidroksikhalkon (Budimarwanti, 2010)

### 2.9.2. Tinjauan Tentang Spektroskopi UV (Ultraviolet)

Spektrofotometer Uv-Vis merupakan spektrofotometer yang digunakan untuk pengukuran di daerah ultra violet dan di daerah tampak. Spektrofotometri UV-Vis adalah pengukuran serapan cahaya di daerah ultraviolet (200–400 nm) dan sinar tampak (400 – 750 nm) oleh suatu senyawa. Berikut merupakan gambar daerah sinar ultra violet.

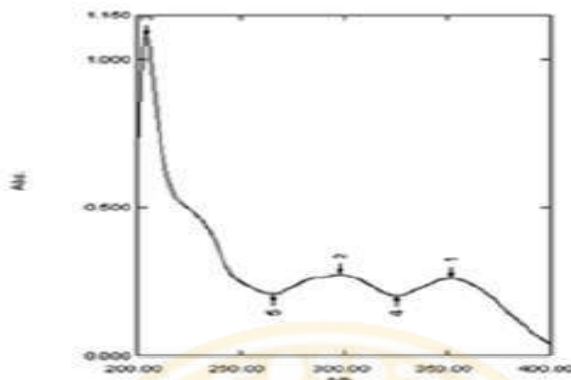


Gambar 2.25 Daerah sinar ultra violet (Mc.Murry, 2016).

Gugus yang dapat mengabsorpsi radiasi sinar UV-Vis dalam molekul disebut gugus kromofor. Yang termasuk gugus kromofor antara lain yaitu ikatan C=C, N=H, C=O. Gugus kromofor dapat mengabsorpsi sinar UV-Vis karena dapat mengalami transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  dan  $n \rightarrow \pi^*$ .

Selain gugus kromofor, juga terdapat gugus auksokrom. Gugus auksokrom merupakan gugus fungsional yang mempunyai elektron bebas. Gugus auksokrom mampu bertransisi dari  $n \rightarrow \pi^*$  tapi tidak dapat mengalami transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$ . Contoh gugus auksokrom yaitu -OH, -OR, -NHR. Jika gugus auksokrom terikat pada gugus kromofor, maka dapat mengakibatkan pergeseran pita absorpsi menuju ke panjang gelombang yang lebih panjang (pergeseran merah = batokromik), yang disertai dengan adanya peningkatan intensitas (efek hiperkromik).

Senyawa khalkon merupakan senyawa flavonoid yang mempunyai serapan spektrum UV-Vis pita I pada daerah panjang gelombang 340-390 nm, dan pita serapan II pada daerah panjang gelombang 230-270 nm (Budimarwanti, 2010).



Gambar 2.26 Spektrum UV-Vis senyawa turunan khalkon (Budimarwanti, 2010)

### 2.9.3. Tinjauan Tentang Spektroskopi $^1\text{H}$ NMR

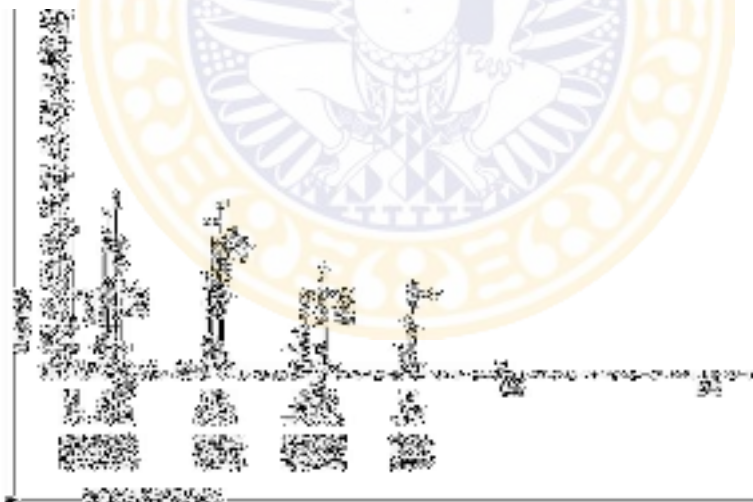
Analisis spektroskopi  $^1\text{H}$  NMR digunakan sebagai analisa kualitatif, khususnya untuk menentukan struktur molekul zat organik. Hasil pengamatan dengan spektroskopi  $^1\text{H}$  NMR digunakan untuk mengetahui jumlah, sifat, dan lingkungan atom hidrogen dalam suatu molekul (Budimarwanti, 2010).

Analisis dengan menggunakan metode spektroskopi NMR dilakukan berdasarkan pengamatan terhadap pergeseran kimia ( $\delta$ ) dalam satuan ppm. Perubahan kimia adalah jarak dari signal standar yang ada pada titik 0 dan signal yang dicari.

Standar yang biasa digunakan dalam spektroskopi NMR adalah tetrametilsilan (TMS). Silena ( $\text{SiH}_4$ ) dengan masing-masing atom hidrogennya diganti dengan gugus metil untuk menghasilkan  $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ . Empat atom karbon yang melekat pada silikon bersifat seimbang, karena silikon mempunyai elektropositif lebih besar dari pada atom karbon, sehingga frekuensi resonansi yang dialami senyawa ini rendah dari senyawa organik lainnya. Hal ini yang menyebabkan tetrametilsilena (TMS) digunakan sebagai standar pada NMR (Clayden, 2001).

Jika proton terdapat pada lingkungan dengan kerapatan elektron tinggi, akan  $\delta$  bergeser ke angka yang semakin jauh dari  $\delta$  TMS, begitu pula sebaliknya. Jika rapatan elektron rendah maka  $\delta$  akan bergeser mendekati  $\delta$  TMS.

Data spektrum  $^1\text{H}$  NMR senyawa sintesis turunan khalkon muncul serapan pada daerah 8,09 ppm (1H, d, 6,7 Hz); 6,97 ppm (1H, dd, 7,35 Hz); 6,53 ppm (1H, t, 7,95 Hz); 8,09 ppm (1H, d, 8,55 Hz) yang menunjukkan proton-proton dari cincin aromatik B. Serapan pada 8,28 ppm (1H, d, 15,25 Hz) dan 8,03 ppm (1H, d, 15,25 Hz) menunjukkan proton-proton pada gugus  $-\text{CH}=\text{etilena}$  dengan posisi trans. Serapan-serapan yang muncul pada daerah 7,51 ppm (2H, d, 7,35 Hz); 7,56 ppm (2H, d, 7,65 Hz); dan 7,08 ppm (1 H, t, 6,7 Hz) menunjukkan proton-proton pada cincin aromatik A (Budimarwanti, 2010).



Gambar 2.27 Spektrum  $^1\text{H}$  NMR senyawa turunan khalkon (Budimarwanti, 2010)

**BAB III****KERANGKA KONSEPTUAL****3.1 Kerangka Konseptual Penelitian**

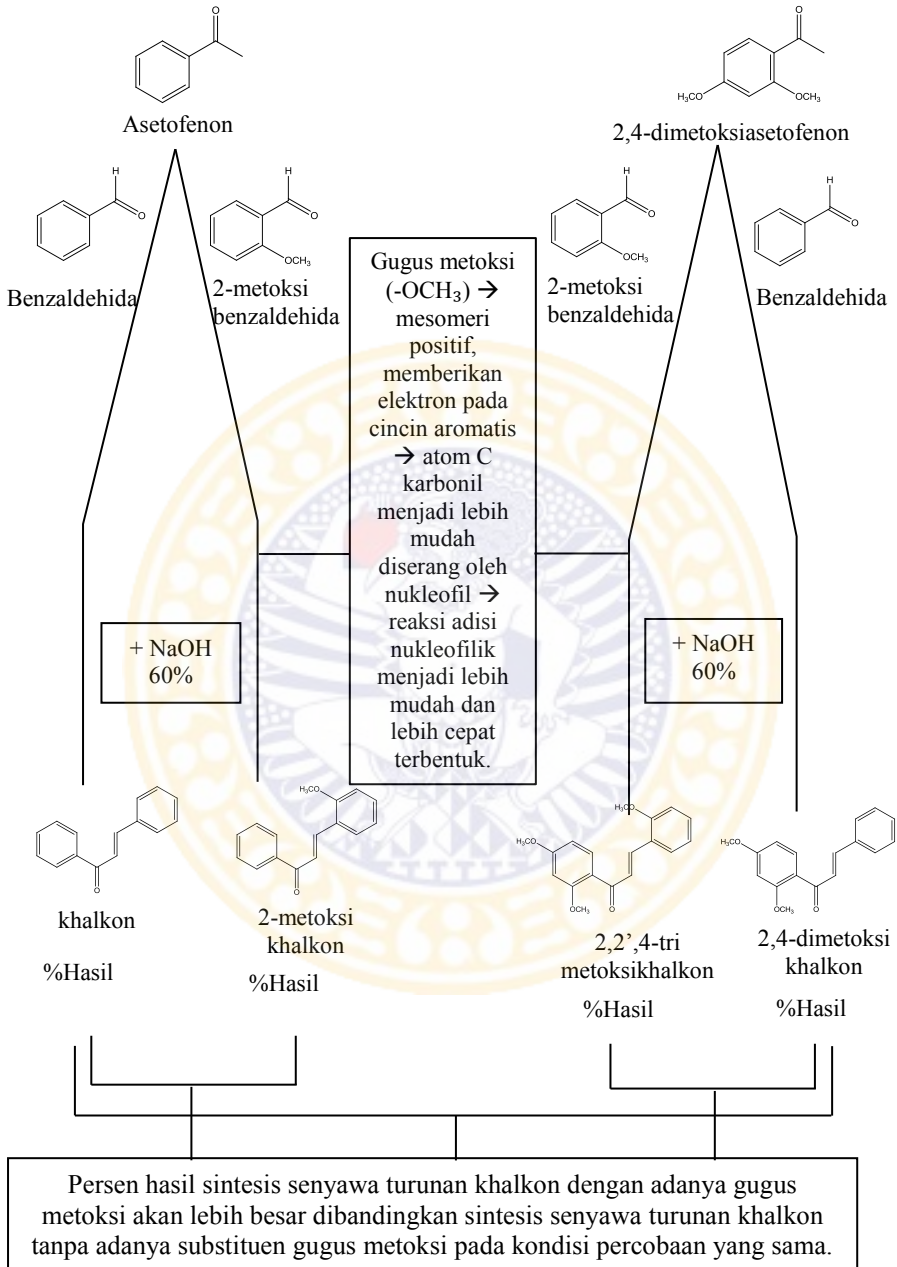
Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis empat senyawa turunan khalkon, yaitu senyawa khalkon, senyawa 2-metoksikhalkon, senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dalam kondisi yang sama.

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan bahan awal asetofenon, 2,4-dimetoksiasetofenon yang direaksikan dengan benzaldehida dan 2-dimetoksibenzaldehida untuk menghasilkan senyawa turunan khalkon tersebut. Sintesis senyawa khalkon dilakukan dengan mereaksikan asetofenon dengan benzaldehida, sedangkan 2-metoksikhalkon dilakukan dengan mereaksikan asetofenon dengan 2-metoksibenzaldehida.

Pada kondisi reaksi yang sama, dilakukan sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan mereaksikan senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon dan benzaldehida. Lalu sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dilakukan dengan mereaksikan senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon dan 2-metoksibenzaldehida. Reaksi antara senyawa tersebut dilakukan untuk mengetahui pengaruh gugus metoksi terhadap persentase senyawa yang dihasilkan pada sintesis senyawa turunan khalkon pada kondisi reaksi yang sama.

Adanya gugus metoksi ( $-\text{OCH}_3$ ) pada benzaldehida bersifat mesomeri positif, yang memberikan elektronnya pada cincin aromatis sehingga dapat beresonansi. Dengan adanya penambahan elektron pada cincin benzena, dapat menyebabkan atom C karbonil menjadi lebih mudah diserang oleh nukleofil sehingga reaksi adisi nukleofilik menjadi lebih mudah dan lebih cepat terbentuk.

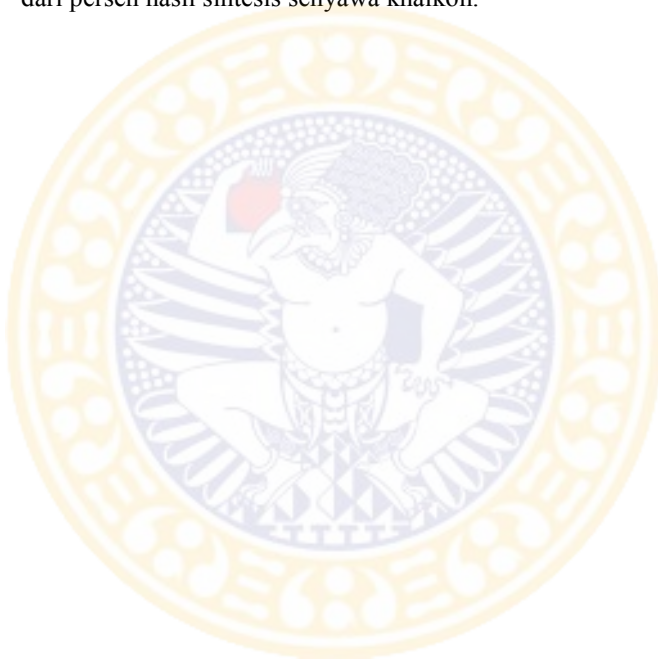




Gambar 3.1. Kerangka Konseptual

### 3.2 Hipotesis Penelitian

1. Persen hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon lebih besar dari persen hasil sintesis senyawa khalkon.
2. Persen hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon lebih besar dari persen hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon.
3. Persen hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon lebih besar dari persen hasil sintesis senyawa khalkon.





## BAB IV

### METODE PENELITIAN

#### 4.1 Bahan dan Alat

##### 4.1.1 Bahan

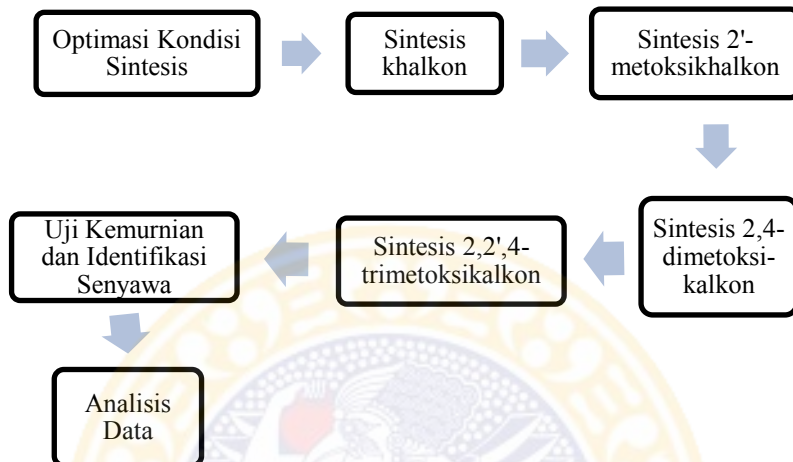
Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini memiliki tingkat kemurnian p.a kecuali dinyatakan lain. Bahan bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu asetofenon (Merck), 2,4-dimetoksiasetofenon (Sigma), benzaldehida (Merck), 2-metoksibenzaldehida (Fluka), natrium hidroksida (Merck), etanol (Fluka), metanol (Fluka), heksana (Merck), Etil asetat (Merck), dan lempeng silika gel GF 254 (Merck).

##### 4.1.2 Alat

Dalam penelitian ini, alat alat yang digunakan antara lain yaitu timbangan Sartorius BL-600, alat gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium sintesis, hot plate *Cimarec 2*, magnetic stirrer, *microwave* Sanyo EM-S 400 watt, bejana kromatografi, lampu UV 254 nm, pengukur titik lebur *Mel-Temp Electrothermal*, Spektrofotometer UV-Vis *Perkin Elmer Lambda EZ 201*, Spektrofotometer FT-IR *Perkin Elmer one*, dan Spektrofotometer FT-NMR *JEOL ECS-400*.

## 4.2 Tahapan Kerja Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, meliputi :



## 4.3 Optimasi Kondisi Sintesis

Optimasi kondisi dilakukan dengan cara mengambil asetofenon sebanyak 0,6 ml (5 mmol) kemudian dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 50,0 ml, lalu ditambahkan dengan 5,0 ml etanol 96% sambil diaduk dengan stirer ad homogen. Kemudian ditambahkan dengan benzaldehida sebanyak 6,0 ml (6 mmol) sambil diaduk dengan stirer ad homogen. Tambahkan NaOH 60% sebanyak 2,5 ml ke dalam campuran reaksi, setelah itu aduk dengan menggunakan stirer selama 2 menit. Masukkan Erlenmeyer ke dalam *microwave* atur pada daya 40 watt selama 5 menit. Lalu tiap menit dilakukan sampling dan diuji KLT untuk mengetahui selesainya reaksi. Pemilihan kondisi sintesis berdasarkan persentase hasil sintesis yang paling banyak.

#### 4.4 Sintesis Khalkon

Sintesis khalkon dilakukan dengan cara mengambil asetofenon sebanyak 0,6 ml (5 mmol) kemudian dimasukan ke dalam labu Erlenmeyer 50,0 ml, lalu ditambahkan dengan 5,0 ml etanol 96% sambil diaduk dengan stirer ad homogen. Kemudian ditambahkan dengan benzaldehida sebanyak 6,0 ml (6 mmol) sambil diaduk dengan stirer ad homogen. Tambahkan NaOH 60% sebanyak 2,5 ml ke dalam campuran reaksi, setelah itu aduk dengan menggunakan stirer selama 2 menit. Masukkan Erlenmeyer ke dalam *microwave* atur pada daya 40 watt selama 3 menit. Setelah selesai di *microwave*, keluarkan Erlenmeyer lalu biarkan pada suhu ruang. Masukkan hasil reaksi ke dalam gelas beaker berisi air dan es batu sambil diaduk dengan stirer secara perlahan sampai terbentuk padatan kuning. Saring buchner dan cuci dengan air. Keringkan padatan kristal pada suhu ruang. Rekristalisasi dengan menggunakan pelarut diklorometan dan metanol dengan perbandingan 1:1. Keringkan hasil rekristalisasi pada suhu ruang, kemudian timbang. Replikasi reaksi sebanyak tiga kali. Uji kemurnian senyawa yang dihasilkan dengan mengukur TL dan Rf noda dengan KLT. Analisis senyawa yang dihasilkan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan H-NMR.

#### 4.5 Sintesis 2-metoksikhalkon

Sintesis senyawa 2'-metoksikhalkon dilakukan sama seperti sintesis khalkon, hanya saja benzaldehida diganti dengan 2-metoksibenzaldehida. Asetofenon sebanyak 0,6 ml (5 mmol) kemudian dimasukan ke dalam labu Erlenmeyer 50,0 ml, lalu ditambahkan dengan 5,0 ml etanol 96% sambil diaduk dengan stirer ad homogen. Kemudian ditambahkan dengan 2-metoksibenzaldehida sebanyak 0,82 gram (6 mmol) sambil diaduk dengan stirer ad larut dan homogen. Tambahkan

NaOH 60% sebanyak 2,5 ml kedalam campuran reaksi, setelah itu aduk dengan menggunakan stirer selama 2 menit. Masukkan Erlenmeyer ke dalam *microwave* atur pada daya 40 watt selama 3 menit. Setelah selesai di *microwave*, keluarkan Erlenmeyer lalu biarkan pada suhu ruang. Masukkan hasil reaksi ke dalam gelas beaker berisi air dan es batu sambil diaduk dengan stirer secara perlahan sampai terbentuk padatan kuning. Saring buchner dan cuci dengan air. Keringkan padatan kristal pada suhu ruang. Replikasi reaksi sebanyak tiga kali. Uji kemurnian senyawa yang dihasilkan dengan mengukur TL dan Rf noda dengan KLT. Analisis senyawa yang dihasilkan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan H-NMR.

#### 4.6 Sintesis 2,4-dimetoksikalkon

Sintesis 2,4-dimetoksikhalkon dilakukan dengan cara mengambil 2,4-dimetoksiasetofenon sebanyak 0,9 gram (5 mmol) kemudian dimasukan ke dalam labu Erlenmeyer 50,0 ml, lalu ditambahkan dengan 5,0 ml etanol 96% sambil diaduk dengan stirer ad larut dan homogen. Kemudian ditambahkan dengan benzaldehida sebanyak 6,0 ml (6 mmol) sambil diaduk dengan stirer ad homogen. Tambahkan NaOH 60% sebanyak 2,5 ml kedalam campuran reaksi, setelah itu aduk dengan menggunakan stirer selama 2 menit. Masukkan Erlenmeyer ke dalam *microwave* atur pada daya 40 watt selama 3 menit. Setelah selesai di *microwave*, keluarkan Erlenmeyer lalu biarkan pada suhu ruang. Masukkan hasil reaksi ke dalam gelas beaker berisi air dan es batu sambil diaduk dengan stirer secara perlahan sampai terbentuk padatan kuning. Saring buchner dan cuci dengan air. Keringkan padatan kristal pada suhu ruang. Rekrystalisasi dengan menggunakan pelarut diklorometan dan metanol dengan perbandingan 1:1. Keringkan hasil rekrystalisasi pada

suhu ruang, kemudian timbang. Replikasi reaksi sebanyak tiga kali. Uji kemurnian senyawa yang dihasilkan dengan mengukur TL dan Rf noda dengan KLT. Analisis senyawa yang dihasilkan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan H-NMR.

#### 4.7 Sintesis 2,2',4-trimetoksikalkon

Sintesis khalkon dilakukan dengan cara mengambil 2,4-dimetoksiasetofenon sebanyak 0,9 gram (5 mmol) kemudian dimasukan ke dalam labu Erlenmeyer 50,0 ml, lalu ditambahkan dengan 5,0 ml etanol 96% sambil diaduk dengan stirer ad larut dan homogen. Kemudian ditambahkan dengan 2-metoksibenzaldehida sebanyak 0,82 gram (6 mmol) sambil diaduk dengan stirer ad larut dan homogen. Tambahkan NaOH 60% sebanyak 2,5 ml kedalam campuran reaksi, setelah itu aduk dengan menggunakan stirer selama 2 menit. Masukkan Erlenmeyer ke dalam *microwave* atur pada daya 40 watt selama 3 menit. Setelah selesai di *microwave*, keluarkan Erlenmeyer lalu biarkan pada suhu ruang. Masukkan hasil reaksi ke dalam gelas beaker berisi air dan es batu sambil diaduk dengan stirer secara perlahan sampai terbentuk padatan kuning. Saring buchner dan cuci dengan air. Keringkan padatan kristal pada suhu ruang. Rekrystalisasi dengan menggunakan pelarut diklorometan dan metanol dengan perbandingan 1:1. Keringkan hasil rekrystalisasi pada suhu ruang, kemudian timbang. Replikasi reaksi sebanyak tiga kali. Uji kemurnian senyawa yang dihasilkan dengan mengukur TL dan Rf noda dengan KLT. Analisis senyawa yang dihasilkan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan H-NMR.

## **4.8 Uji Kemurnian dan Identifikasi Senyawa**

### **4.8.1 Kromatografi Lapis Tipis**

#### **a. Uji KLT senyawa khalkon**

Uji kemurnian dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan fase diam silika gel 60 GF254. Sedikit senyawa hasil reaksi dilarutkan dalam pelarut metanol, lalu ditotolkan pada fase diam dari lempeng KLT. Pembanding yang digunakan yaitu senyawa awal asetofenon. Setelah kering, masukkan lempeng plat KLT kedalam bejana yang telah dijenuhkan dengan fase gerak yang sesuai. Setelah eluasi selesai, ambil plat KLT, keringkan di lemari asam. Amati noda dengan menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Noda yang nampak kemudian diberi tanda, lalu dihitung harga Rf-nya.

#### **b. Uji KLT sintesis senyawa 2-metoksikhalkon**

Uji kemurnian dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan fase diam silika gel 60 GF254. Sedikit senyawa hasil reaksi, 2-metoksikhalkon dilarutkan dalam pelarut metanol lalu ditotolkan pada fase diam dari lempeng KLT. Pembanding yang digunakan yaitu senyawa awal asetofenon. Setelah kering, masukkan lempeng plat KLT kedalam bejana yang telah dijenuhkan dengan fase gerak yang sesuai. Setelah eluasi selesai, ambil plat KLT, keringkan di lemari asam. Amati noda dengan menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Noda yang nampak kemudian diberi tanda, lalu dihitung harga Rf-nya.

#### **c. Uji KLT sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon**

Uji kemurnian dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan fase diam silika gel 60 GF254. Sedikit senyawa hasil reaksi, 2,4-dimetoksikhalkon dilarutkan dalam pelarut metanol lalu

ditotolkan pada fase diam dari lempeng KLT. Pembanding yang digunakan yaitu senyawa awal 2,4-dimetoksiasetofenon. Setelah kering, masukkan lempeng plat KLT kedalam bejana yang telah dijenuhkan dengan fase gerak yang sesuai. Setelah eluasi selesai, ambil plat KLT, keringkan di lemari asam. Amati noda dengan menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Noda yang nampak kemudian diberi tanda, lalu hitung harga Rf-nya.

#### **d. Uji KLT sintesis senyawa 2,2',4-Trimetoksikhalkon**

Uji kemurnian dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan fase diam silika gel 60 GF254. Sedikit senyawa hasil reaksi dilarutkan dalam pelarut sesuai, lalu ditotolkan pada fase diam dari lempeng KLT. Pembanding yang digunakan yaitu senyawa awal 2,4-dimetoksiasetofenon. Setelah kering, masukkan lempeng plat KLT kedalam bejana yang telah dijenuhkan dengan fase gerak yang sesuai.

Setelah eluasi selesai, ambil plat KLT, keringkan di lemari asam. Amati noda dengan menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Noda yang nampak kemudian diberi tanda, lalu hitung harga Rf-nya.

#### **4.8.2 Titik Lebur**

Pengukuran titik lebur senyawa dilakukan dengan alat *Mel-Temp Electrothermal*. Gerus halus zat yang akan diuji, kemudian masukkan kedalam pipa kapiler setinggi 2 mm, kemudian amati titik leburnya. Pengukuran titik lebur dilakukan sebanyak tiga kali. Untuk senyawa murni, jarak lebur tidak lebih dari 2° C.

#### 4.8.3 Identifikasi senyawa dengan spektrofotometri UV-Vis

Sedikit senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam metanol p.a kemudian dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 240-400nm. Amati panjang gelombang maksimum dan spektra yang terbentuk (Suzana, *et al.*, 2013).

#### 4.8.4 Identifikasi senyawa dengan spektrofotometri inframerah

Sejumlah senyawa hasil reaksi digerus halus, kemudian ditambahkan dengan kalium bromida, campur ad homogen. Campuran yang telah halus dan homogen tersebut kemudian dimasukkan ke dalam alat pencetak pellet. Setelah itu dipadatkan dengan penekan hidrolik sehingga menghaikan pelet yang tipis dan transparan. Setelah itu, masukkan pellet ke dalam sampel holder pada spektrofotometer FT-IR *Perkin Elmer one* dan dianalisis pada bilangan gelombang 4000-600  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil spektra berupa gambaran mengenai puncak-puncak absorpsi pada bilangan gelombang tertentu yang menunjukkan gugus fungsi senyawa yang dianalisis (Suzana, *et al.*, 2013).

#### 4.8.5 Identifikasi senyawa dengan spektrofotometri H-NMR

Senyawa hasil sintesis dilarutkan dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ , kemudian ditambahkan tetrametilsilana (TMS) sebagai standar internal. Setelah itu, campuran dimasukkan ke dalam tabung NMR (Suzana, *et al.*, 2013). Tabung diletakkan diantara dua magnet, kemudian merekam spektra yang dihasilkan. Setelah itu, identifikasi integral relatif dan posisi puncak-puncak proton (atom H) spektrum resonansi magnetik inti yang terbentuk.



## BAB V

## DATA HASIL PENELITIAN

## 5.1 Optimasi Kondisi Sintesis

Optimasi kondisi sintesis dilakukan seperti yang dijelaskan pada 4.3. Optimasi dilakukan untuk mengetahui persentase hasil sintesis yang optimal pada menit ke-3 dan menit ke-5. Berdasarkan hasil sintesis pada menit ke-3 dan ke-5 dipilihlah kondisi sintesis pada menit ke-3 karena persen hasil sintesis yang didapat dari kedua kondisi tidak terlalu berbeda. Berikut hasil optimasi kondisi sintesis khalkon pada tabel 5.1.

Tabel 5.1 Hasil Optimasi Kondisi Sintesis Khalkon

Senyawa Awal	Daya (Watt)	Waktu (Menit)	Berat Teoritis (g)	Berat Hasil (g)	% Hasil Sintesis
Asetofenon 5 mmol	40	3	1,04	0,796	76
Benzaldehida 6 mmol	40	5	1,04	0,801	77

## 5.2 Sintesis Senyawa Khalkon

## 5.2.1 Hasil Sintesis Senyawa Khalkon

Sintesis senyawa khalkon dilakukan seperti yang telah dijelaskan pada bab IV prosedur 4.4. Senyawa khalkon yang dihasilkan berbentuk kristal jarum dan berwarna kuning pucat. Gambar 5.2.1 merupakan hasil sintesis senyawa khalkon.



Gambar 5.2.1 Hasil sintesis senyawa khalkon

Sintesis senyawa khalkon dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Persen hasil rata-rata sintesis senyawa khalkon yang didapatkan dalam penelitian yaitu sebesar 75 %  $\pm$  2,35. Persen hasil sintesis senyawa khalkon ditunjukkan pada tabel 5.2.1.

Tabel 5.2.1 Persen Hasil Sintesis Senyawa Khalkon

Replikasi	Asetofenon	Benzaldehida	Khalkon		%Hasil
			Berat teoritis (g)	Berat Hasil (g)	
1	5 mmol	6 mmol	1,0413	0,798	77 %
2	5 mmol	6 mmol	1,0413	0,745	72 %
3	5 mmol	6 mmol	1,0413	0,800	77 %
<b>Persentase hasil rata-rata</b>					<b>75 % <math>\pm</math> 2,35</b>

### 5.2.2 Uji Kemurnian Senyawa Khalkon dengan KLT

Uji kemurnian senyawa khalkon dilakukan seperti prosedur 4.8.1. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis senyawa khalkon dilakukan pada tiga eluen yang berbeda. Nilai  $R_f$  senyawa khakon dengan eluen benzena yaitu sebesar 0,625. Berikut data nilai  $R_f$  (*Retardation Factor*) senyawa

khalkon yang dihasilkan dengan menggunakan tiga eluen berbeda ditampilkan pada tabel 5.2.2.

Tabel 5.2.2 Data nilai  $R_f$  senyawa khalkon

Eluen	$R_f$ Khalkon
Heksana : Etil asetat ( 7 : 1)	0,65
Benzena	0,625
Kloroform : Benzena ( 1 : 4)	0,66

### 5.2.3 Uji Kemurnian Senyawa Khalkon dengan Penentuan Titik Lebur

Pengukuran titik lebur dilakukan seperti prosedur 4.8.2. Pada tabel 5.2.3 menunjukkan data jarak lebur senyawa khalkon hasil sintesis.

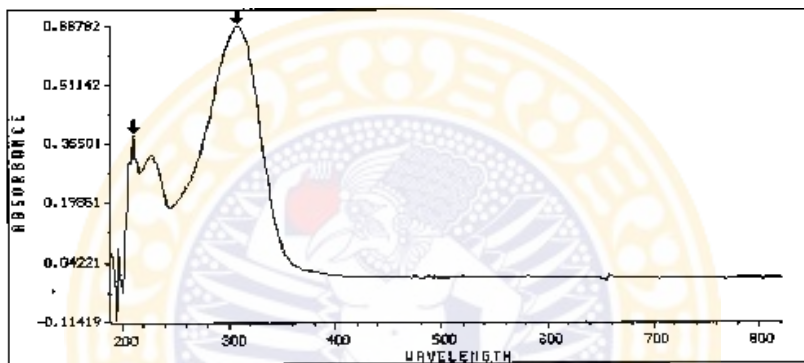
Berdasarkan hasil pengamatan jarak lebur senyawa khalkon , dapat disimpulkan bahwa senyawa khalkon hasil sintesis memiliki jarak lebur 53-54 ° C.

Tabel 5.2.3 Data jarak lebur senyawa khalkon

Replikasi	Jarak Lebur (° C)	Jarak lebur rata-rata (° C)
1	53 -54	53 -54
	53 -54	53 -54
	53 -54	53 -54
2	53 -54	53 -54
	53 -54	53 -54
	53 -54	53 -54
3	53 -54	53 -54
	53 -54	53 -54
	53 -54	53 -54
<b>Rentang jarak lebur (° C)</b>		53 -54

### 5.2.4 Identifikasi Senyawa Khalkon dengan Spektrofotometri Uv

Identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri Uv dilakukan sesuai prosedur 4.8.3. Pelarut yang digunakan untuk analisis senyawa khalkon dengan spektrofotometri Uv yaitu menggunakan pelarut metanol. Gambar 5.2.4 menunjukkan spektrum UV senyawa khalkon.



Gambar 5.2.4 Spektrum Uv senyawa khalkon

Keterangan :

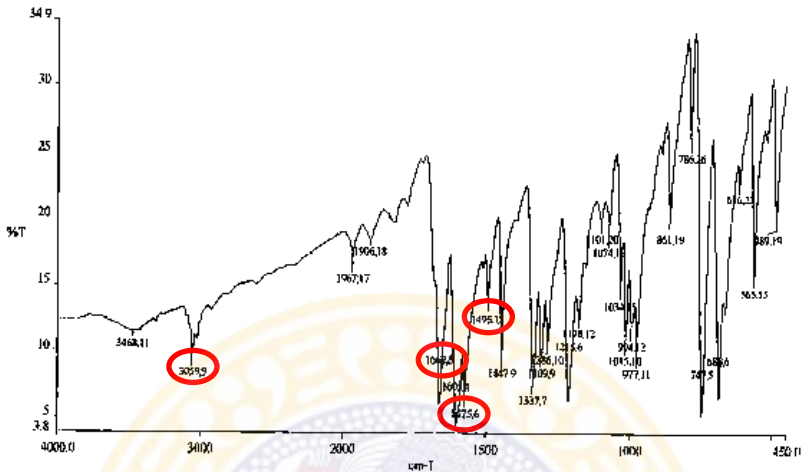
Pelarut = metanol

Alat = Spektrofotometer Uv-Vis Perkin Elmer Lambda EZ 201

Dari gambar 5.2.4, dapat diketahui bahwa senyawa khalkon memberikan serapan pada dua panjang gelombang yaitu pada panjang gelombang 210 nm (absorban = 0,37629) dan panjang gelombang 308 nm (absorban = 0,66704).

### 5.2.5 Identifikasi Senyawa Khalkon dengan Spektrofotometri IR

Identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri IR dilakukan sesuai prosedur 4.8.4. Hasil dan interpretasi data spektrum IR senyawa khalkon ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.2.5.



Gambar 5.2.5 Spektrum IR senyawa khalkon

Keterangan :

Pelat : KBr

Alat : Spektrofotometer Perkin Elmer One

Tabel 5.2.5 Interpretasi data spektrum IR senyawa khalkon

Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Pustaka*	Hasil Sintesis
C = O	1670 - 1600	1662,6
Benzena	1600 - 1475	1575 dan 1495
=C - H	3050 - 3010	3059

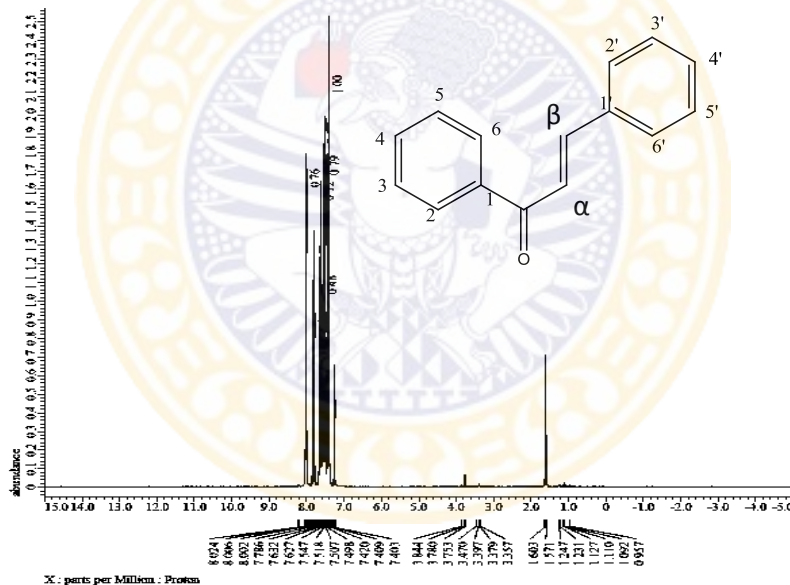
Ket : \*Pavia,2009

Dari tabel diatas dapat disimpulkan bahwa bilangan gelombang senyawa khalkon hasil sintesis tidak jauh berbeda dibandingkan dengan data pada pustaka Pavia yang digunakan.

## 5.2.6 Identifikasi Senyawa Khalkon dengan Spektrofotometri

### $^1\text{H-NMR}$

Identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan sesuai dengan prosedur 4.8.5. Identifikasi dengan spektrofotometri  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan untuk mendeteksi jumlah dan jenis proton yang ada pada senyawa hasil sintesis. Pelarut yang digunakan untuk identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{H-NMR}$  yaitu  $\text{CDCl}_3$ . Hasil identifikasi senyawa khalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{H-NMR}$  dan interpretasi datanya ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.2.6 dibawah ini.



Gambar 5.2.6 Spektrum resonansi magnetik proton (H-NMR) senyawa khalkon

Keterangan

Pelarut :  $\text{CDCl}_3$

Alat : Spektrofotometri FT-NMR JEOL ECS-400

Tabel 5.2.6 Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa khalkon

Geseran Kimia (ppm)	Multiplisitas	Proton	Posisi
8,01	Doblet	2H	C2 dan C6
7,65 - 7,63	Multiplet	3H	C3, C4, C5
7,82	Doblet ( $J = 16$ Hz)	1H	C $\beta$
7,61	Doblet ( $J = 12$ Hz)	1H	C $\alpha$
7,60 - 7,58	Multiplet	2H	C2' dan C6'
7,53 - 7,48	Multiplet	3H	C3', C4', C5'
Total Proton		12H	

### 5.3 Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon

#### 5.3.1 Hasil Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon

Sintesis senyawa 2-metoksikhalkon dilakukan seperti yang telah dijelaskan pada bab IV prosedur 4.5. Senyawa 2-metoksikhalkon yang dihasilkan berbentuk kristal jarum dan berwarna kuning pucat. Gambar 5.3.1 merupakan hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon.



Gambar 5.3.1 Hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon

Sintesis senyawa 2-metoksikhalkon dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Persen hasil rata-rata sintesis senyawa 2-metoksikhalkon yang dihasilkan sebesar  $85 \% \pm 6,79$  dan ditunjukkan pada tabel 5.3.1.

Tabel 5.3.1 Persen Hasil Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon

Replikasi	Asetofenon	2- metoksi benzalde hida	2-metoksi khalkon		%Hasil
			Berat teoritis (g)	Berat Hasil (g)	
1	5 mmol	6 mmol	1,1914	0,923	78 %
2	5 mmol	6 mmol	1,1914	1,119	94 %
3	5 mmol	6 mmol	1,1914	0,975	82 %
<b>Persentase hasil rata-rata</b>					<b>85 % <math>\pm</math> 6,79</b>

### 5.3.2 Uji Kemurnian Senyawa 2-metoksikhalkon dengan KLT

Uji kemurnian senyawa 2-metoksikhalkon dilakukan seperti prosedur 4.8.1. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon dilakukan pada tiga eluen yang berbeda. Nilai  $R_f$  senyawa 2-metoksikhalkon dengan eluen Heksana : Etil asetat ( 7 : 1 ) sebesar 0,475. Berikut data nilai  $R_f$  (*Retardation Factor*) senyawa 2-metoksikhalkon ditampilkan pada tabel 5.3.2.



Tabel 5.3.2 Data nilai  $R_f$  senyawa 2-metoksikhalkon

Eluen	$R_f$ 2-metoksi khalkon
Heksana : Etil asetat ( 7 : 1 )	0,475
Benzena	0,525
Kloroform : Benzena ( 1 : 5 )	0,425

### 5.3.3 Uji Kemurnian Senyawa 2-metoksikhalkon dengan Penentuan Titik Lebur

Pengukuran titik lebur dilakukan seperti prosedur 4.8.2. Pada tabel 5.3.3 menunjukkan data jarak lebur senyawa 2-metoksikhalkon hasil sintesis.

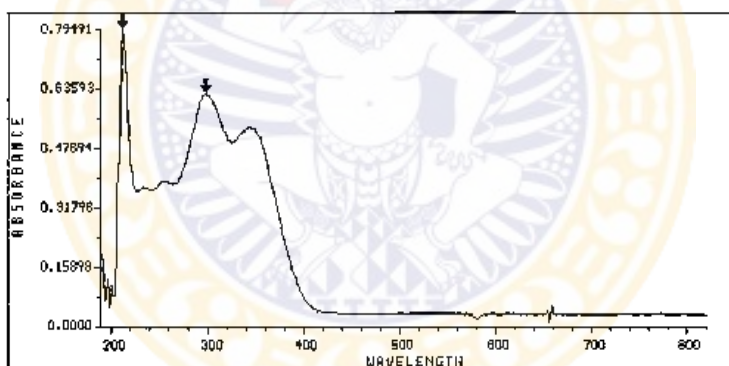
Tabel 5.3.3 Data Jarak Lebur senyawa 2-metoksikhalkon

Replikasi	Jarak Lebur ( $^{\circ}$ C)	Jarak lebur rata-rata ( $^{\circ}$ C)
1	58 - 59	58 – 59
	58 - 59	58 – 59
	58 - 59	58 – 59
2	58 - 59	58 – 59
	58 - 59	58 – 59
	58 - 59	58 – 59
3	58 - 59	58 – 59
	58 - 59	58 – 59
	58 - 59	58 – 59
<b>Rentang jarak lebur (<math>^{\circ}</math> C)</b>		58 – 59

Berdasarkan hasil pengamatan jarak lebur senyawa 2-metoksikhalkon, dapat disimpulkan bahwa senyawa 2-metoksikhalkon hasil sintesis memiliki jarak lebur  $58-59^{\circ}\text{C}$ .

### 5.3.4 Identifikasi Senyawa 2-metoksikhalkon dengan Spektrofotometri Uv

Identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv dilakukan sesuai prosedur 4.8.3. Pelarut yang digunakan untuk analisis senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv yaitu menggunakan pelarut metanol. Gambar 5.3.4 menunjukkan spektrum UV senyawa 2-metoksikhalkon.



Gambar 5.3.4 Spektrum Uv senyawa 2-metoksikhalkon

Keterangan :

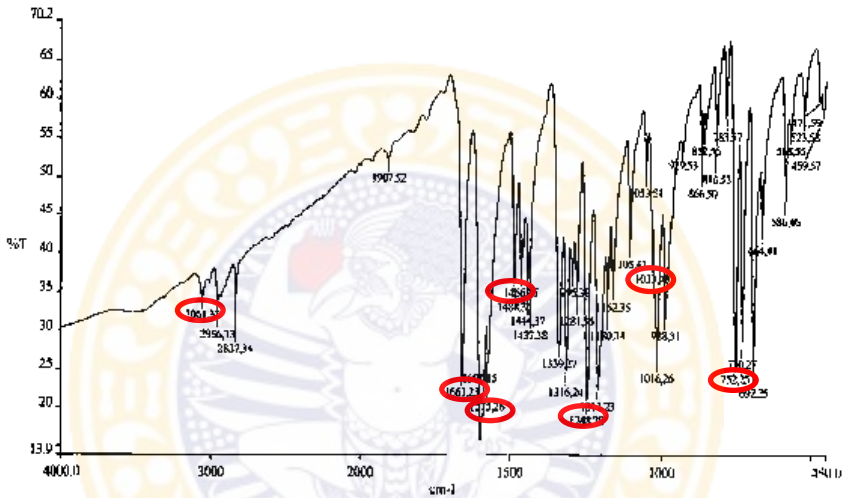
Pelarut = metanol

Alat = Spektrofotometer Uv-Vis Perkin Elmer Lambda EZ 201

Dari gambar 5.3.4, dapat diketahui bahwa senyawa 2-metoksikhalkon memberikan serapan pada dua panjang gelombang yaitu pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,79491) dan panjang gelombang 298 nm (absorban = 0,61963).

### 5.3.5 Identifikasi Senyawa 2-metoksikhalkon dengan Spektrofotometri IR

Identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri IR dilakukan sesuai prosedur 4.8.4. Hasil dan interpretasi data spektrum IR senyawa 2-metoksikhalkon ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.3.5.



Gambar 5.3.5 Spektrum IR senyawa 2-metoksikhalkon

Keterangan :

Pelat : KBr

Alat : Spektrofotometer Perkin Elmer One

Tabel 5.2.5 Interpretasi data spektrum IR senyawa 2-metoksikhalkon

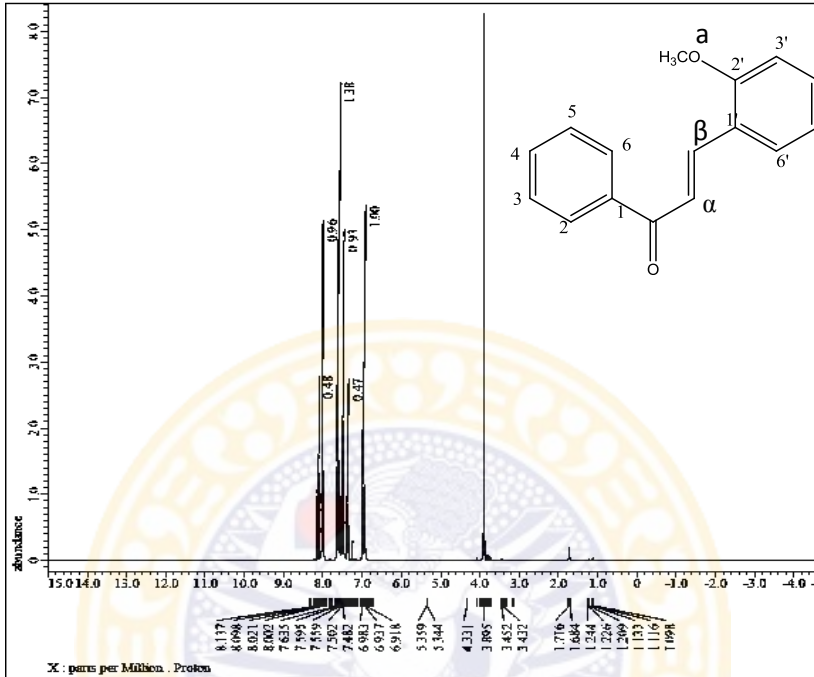
Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Pustaka*	Hasil Sintesis
C = O	1670 -1600	1661
Benzena	1600 - 1475	1575 dan 1466
C – H	3050 - 3010	3061
C-O-C	1250 - 1040	1248 dan 1033
Substituen posisi ortho	750	752

Ket : \*Pavia,2009

Dari tabel diatas dapat disimpulkan bahwa bilangan gelombang senyawa 2-metoksikhalkon hasil sintesis tidak jauh berbeda dibandingkan dengan data pada pustaka Pavia.

### 5.3.6 Identifikasi Senyawa 2-metoksikhalkon dengan Spektrofotometri <sup>1</sup>HNMR

Identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri <sup>1</sup>HNMR dilakukan sesuai dengan prosedur 4.8.5. Identifikasi dengan spektrofotometri <sup>1</sup>HNMR dilakukan untuk mendeteksi jumlah dan jenis proton yang ada pada senyawa hasil sintesis. Pelarut yang digunakan untuk identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri <sup>1</sup>HNMR yaitu CDCl<sub>3</sub> . Hasil identifikasi senyawa 2-metoksikhalkon dengan spektrofotometri <sup>1</sup>HNMR dan interpretasi datanya ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.3.6 dibawah ini.



Gambar 5.3.6 Spektrum resonansi magnetik proton (<sup>1</sup>H-NMR) senyawa 2-metoksikhalkon

Keterangan

Pelarut : CDCl<sub>3</sub>

Alat : Spektrofotometri FT-NMR JEOL ECS-400

Tabel 5.3.6 Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa 2-metoksikhalkon

Geseran Kimia (ppm)	Multiplisitas	Proton	Posisi
8,12	Doblet ( $J = 16$ )	1H	C $\beta$
8,01	Doblet	2H	C2,C6
7,63-7,61	Multiplet	3H	C3, C4, C5
7,46-7,36	Multiplet	2H	C5', C6'
7,00- 6,98	Multiplet	1H	C4'
6,94-6,92	Multiplet	1H	C3'
7,67-7,64	Multiplet ( $J = 12$ Hz)	1H	C $\alpha$
3,89	Singlet	3H	Ca
Total Proton		14H	

## 5.4 Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

### 5.4.1 Hasil Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dilakukan seperti yang telah dijelaskan pada bab IV prosedur 4.6. Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon yang dihasilkan berbentuk kristal jarum dan berwarna kuning. Gambar 5.4.1 merupakan hasil sintesis dari senyawa 2,4-dimetoksikhalkon.



Gambar 5.4.1 Hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Persen hasil rata-rata sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon yang didapatkan dalam penelitian sebesar  $92\% \pm 0,47$ . Persen hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon ditunjukkan pada tabel 5.4.1.

Tabel 5.4.1 Persen Hasil Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Replik asi	2,4- dimetoksi asetofeno n	Benzaldehi da	2,4-dimetoksi khalkon		%Hasil
			Berat teoritis (g)	Berat Hasil (g)	
1	5 mmol	6 mmol	1,3415	1,244	93 %
2	5 mmol	6 mmol	1,3415	1,240	92 %
3	5 mmol	6 mmol	1,3415	1,228	92 %
<b>Persentase hasil rata-rata</b>					<b>92 % <math>\pm</math> 0,47</b>

#### 5.4.2 Uji Kemurnian Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan KLT

Uji kemurnian senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dilakukan seperti prosedur 4.8.1. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dilakukan pada tiga eluen yang berbeda. Nilai  $R_f$  senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan menggunakan eluen heksana : etil asetat : benzena ( 5 : 1 : 3) sebesar 0,525. Berikut data nilai  $R_f$  (*Reterdation Factor*) senyawa 2,4-dimetoksikhalkon yang dihasilkan ditampilkan pada tabel 5.4.2.

Tabel 5.4.2 Data nilai  $R_f$  senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Eluen	$R_f$ 2,4-dimetoksi khalkon
Heksana : etil asetat ( 7 : 1 )	0,225
Benzena	0,25
Heksana : Etil asetat : Benzena ( 5 : 1 : 3 )	0,525

#### 5.4.3 Uji Kemurnian Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan Penentuan Titik Lebur

Pengukuran titik lebur dilakukan seperti prosedur 4.8.2. Pada tabel 5.4.3 menunjukkan data jarak lebur senyawa 2,4-dimetoksikhalkon hasil sintesis.

Berdasarkan hasil pengamatan jarak lebur senyawa 2,4-dimetoksikhalkon , dapat disimpulkan bahwa senyawa 2,4-dimetoksikhalkon hasil sintesis memiliki jarak lebur 73-75 ° C.



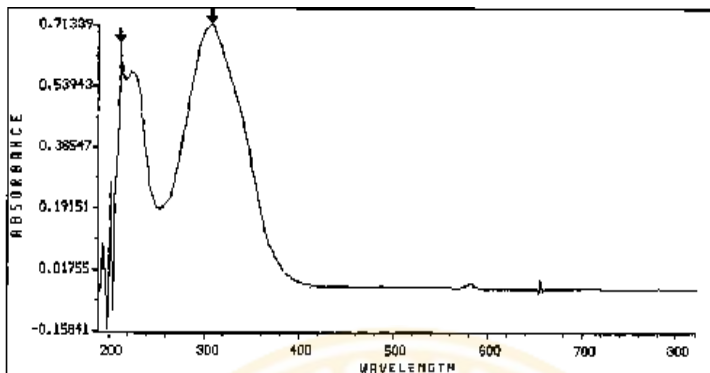
Tabel 5.4.3 Data Jarak Lebur senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Replikasi	Jarak Lebur (° C)	Jarak lebur rata-rata (° C)
1	73 - 75	73 - 75
	73 - 75	73 - 75
	73 - 75	73 - 75
2	73 - 75	73 - 75
	73 - 75	73 - 75
	73 - 75	73 - 75
3	73 - 75	73 - 75
	73 - 75	73 - 75
	73 - 75	73 - 75
<b>Rentang jarak lebur (° C)</b>		73 - 75

#### 5.4.4 Identifikasi Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan Spektrofotometri Uv

Identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv dilakukan sesuai prosedur 4.8.3. Pelarut yang digunakan untuk analisis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv yaitu menggunakan pelarut metanol. Gambar 5.4.4 menunjukkan spektrum UV senyawa 2,4-dimetoksi khalkon.

Berdasarkan gambar 5.4.4, dapat diketahui bahwa senyawa 2,4-dimetoksi khalkon memberikan serapan pada dua panjang gelombang yaitu pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,66016) dan panjang gelombang 308 nm (absorban = 0,71339).



Gambar 5.4.4 Spektrum Uv senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Keterangan :

Pelarut = metanol

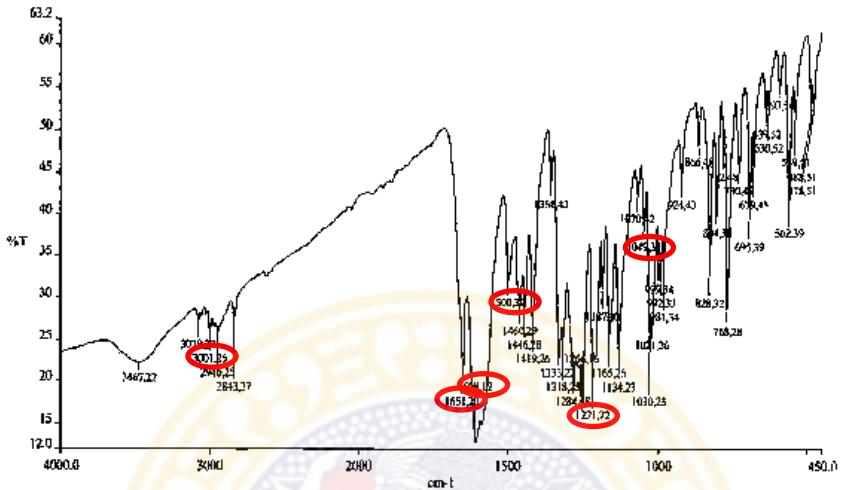
Alat = Spektrofotometer Uv-Vis Perkin Elmer Lambda EZ

201

#### 5.4.5 Identifikasi Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan Spektrofotometri IR

Identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri IR dilakukan sesuai prosedur 4.8.4. Hasil dan interpretasi data spektrum IR senyawa 2,4-dimetoksikhalkon ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.4.5.

Dari data yang diperoleh pada tabel 4.5.4 dapat disimpulkan bahwa bilangan gelombang senyawa 2,4-dimetoksikhalkon hasil sintesis tidak jauh berbeda dibandingkan dengan data pada pustaka Pavia yang digunakan.



Gambar 5.4.5 Spektrum IR senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Keterangan :

Pelat : KBr

Alat : Spektrofotometer Perkin Elmer One

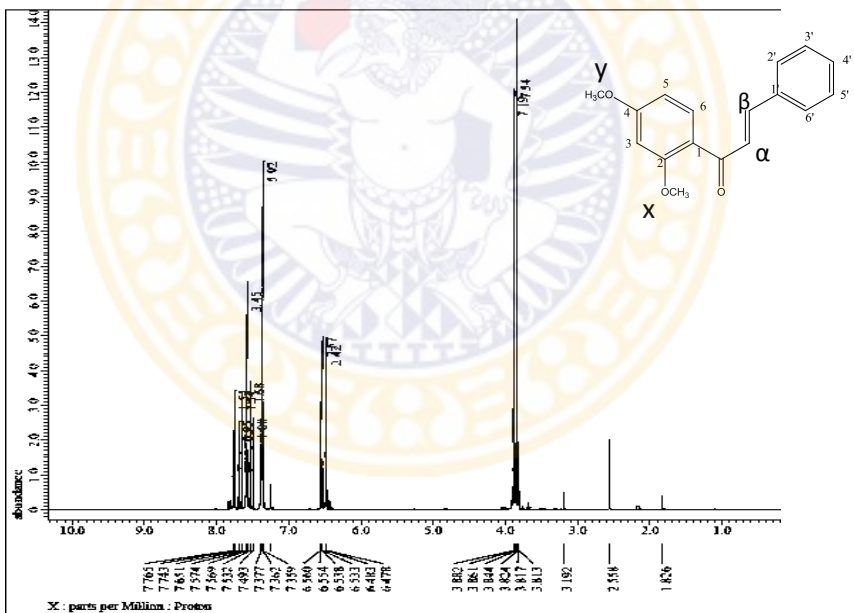
Tabel 5.3.5 Interpretasi data spektrum IR senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Pustaka*	Hasil Sintesis
C = O	1670 - 1600	1651
Benzena	1600 - 1474	1608 dan 1500
C - H	3050 - 3010	3079
C-O-C	1250 - 1040	1221 dan 1070

Ket : \*Pavia, 2009.

### 5.4.6 Identifikasi Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan Spektrofotometri $^1\text{HNMR}$

Identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  dilakukan sesuai dengan prosedur 4.8.5. Identifikasi dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  dilakukan untuk mendeteksi jumlah dan jenis proton yang ada pada senyawa hasil sintesis. Pelarut yang digunakan untuk identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  yaitu  $\text{CDCl}_3$ . Hasil identifikasi senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  dan interpretasi datanya ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.4.6.



Gambar 5.4.6 Spektrum resonansi magnetik proton (H-NMR) senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Keterangan

Pelarut :  $\text{CDCl}_3$

Alat : Spektrofotometri FT-NMR JEOL ECS-400

Tabel 5.4.6 Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa 2,4-dimetoksikhalkon

Geseran Kimia (ppm)	Multiplisitas	Proton	Posisi
7,77	Doblet ( $J = 12$ Hz)	1H	C $\beta$
7,69	Doblet ( $J = 16$ Hz)	1H	C $\alpha$
7,39 – 7,37	Multiplet	3H	C3', C4', C5'
7,53	Singlet	1H	C3
7,59 - 7,57	Multiplet	2H	C5 dan C6
7,59 – 7,57	Multiplet	2H	C2', C6'
3,88	Singlet	3H	Cx
3,84	Singlet	3H	Cy
Total proton		16H	

## 5.5 Sintesis Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

### 5.5.1 Hasil Sintesis Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

Sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dilakukan seperti yang telah dijelaskan pada bab IV prosedur 4.7. Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon yang dihasilkan berbentuk kristal jarum dan berwarna kuning. Gambar 5.5.1 merupakan hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.



Gambar 5.5.1 Hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

Sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Persen hasil sintesis rata-rata senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon yang didapatkan dalam penelitian sebesar  $95\% \pm 0,82$ . Persen hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon ditunjukkan pada tabel 5.5.1.

Tabel 5.5.1 Persen Hasil Sintesis Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

Replikasi	2,4-dimetoksi asetofenon	2-metoksi benzaldehida	2,2',4-trimetoksi khalkon		%Hasil
			Berat teoritis (g)	Berat Hasil (g)	
1	5 mmol	6 mmol	1,4906	1,398	94 %
2	5 mmol	6 mmol	1,4906	1,411	95 %
3	5 mmol	6 mmol	1,4906	1,427	96 %
<b>Persentase hasil rata-rata</b>					<b>95 % <math>\pm</math> 0,82</b>

### 5.5.2 Uji Kemurnian Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan KLT

Uji kemurnian senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dilakukan seperti prosedur 4.8.1. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dilakukan pada tiga eluen yang berbeda. Nilai  $R_f$  senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan menggunakan eluen heksana : etil asetat : diklorometan (7 : 1 : 1) sebesar 0,225. Berikut data nilai  $R_f$  (*Retardation Factor*) senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon yang dihasilkan ditampilkan pada tabel 5.5.2.

Tabel 5.5.2 Data nilai  $R_f$  senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

Eluen	$R_f$ 2,2',4-trimetoksi khalkon
Heksana : etil asetat : diklorometan ( 7 : 1 : 1)	0,22
Heksana : etil asetat : benzena ( 5 : 1 : 3)	0,34
Kloroform : Heksana ( 4 : 1)	0,30

### 5.5.3 Uji Kemurnian Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan Penentuan Titik Lebur

Pengukuran titik lebur dilakukan seperti prosedur 4.8.2. Pada tabel 5.5.3 menunjukkan data jarak lebur senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon hasil sintesis.

Berdasarkan hasil pengamatan jarak lebur senyawa 2,4-dimetoksikhalkon , dapat disimpulkan bahwa senyawa 2,4-dimetoksikhalkon hasil sintesis memiliki jarak lebur 105 - 106 ° C.

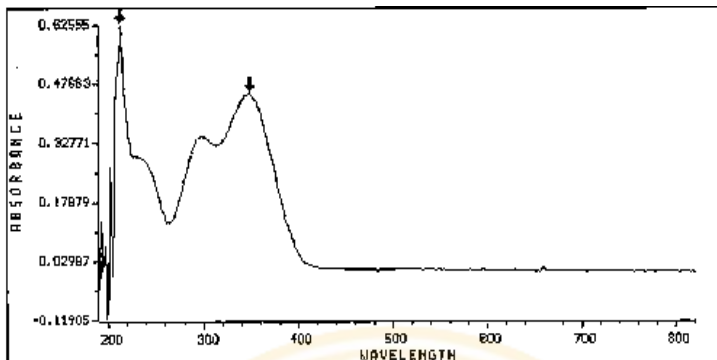
Tabel 5.5.3 Data jarak lebur senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

Replikasi	Jarak Lebur ( $^{\circ}$ C)	Jarak lebur rata-rata ( $^{\circ}$ C)
1	105 - 106	105 - 106
	105 - 106	105 - 106
	105 - 106	105 - 106
2	105 - 106	105 - 106
	105 - 106	105 - 106
	105 - 106	105 - 106
3	105 - 106	105 - 106
	105 - 106	105 - 106
	105 - 106	105 - 106
<b>Rentang jarak lebur (<math>^{\circ}</math> C)</b>		105 – 106

#### 5.5.4 Identifikasi Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan Spektrofotometri Uv

Identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv dilakukan sesuai prosedur 4.8.3. Pelarut yang digunakan untuk analisis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri Uv yaitu menggunakan pelarut metanol. Gambar 5.5.4 menunjukkan spektrum UV senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.





Gambar 5.5.4 Spektrum Uv senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon

Keterangan :

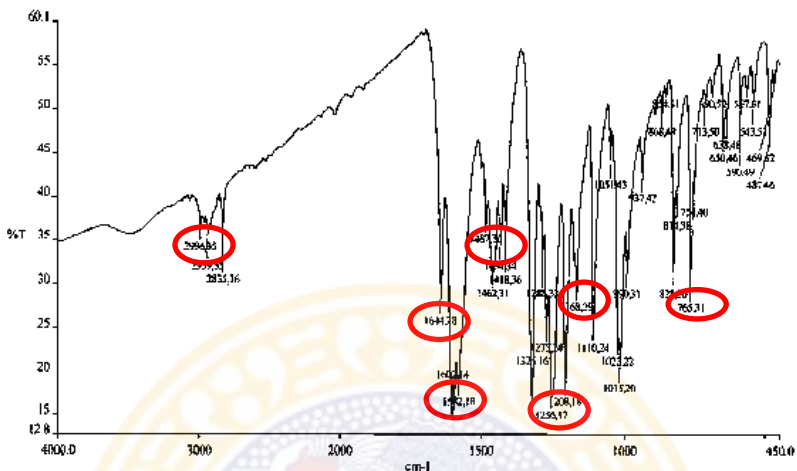
Pelarut = metanol

Alat = Spektrofotometer Uv-Vis Perkin Elmer Lambda EZ 201

Dari gambar 5.4.4, dapat diketahui bahwa senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon memberikan serapan pada dua panjang gelombang yaitu pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,62555) dan panjang gelombang 348 nm (absorban = 0,45029).

### 5.5.5 Identifikasi Senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon dengan Spektrofotometri IR

Identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon dengan spektrofotometri IR dilakukan sesuai prosedur 4.8.4. Hasil dan interpretasi data spektrum IR senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.5.5.



Gambar 5.5.5 Spektrum IR senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon

Keterangan :

Pelat : KBr

Alat : Spektrofotometer Perkin Elmer One

Tabel 5.5.5 Interpretasi data spektrum IR senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon

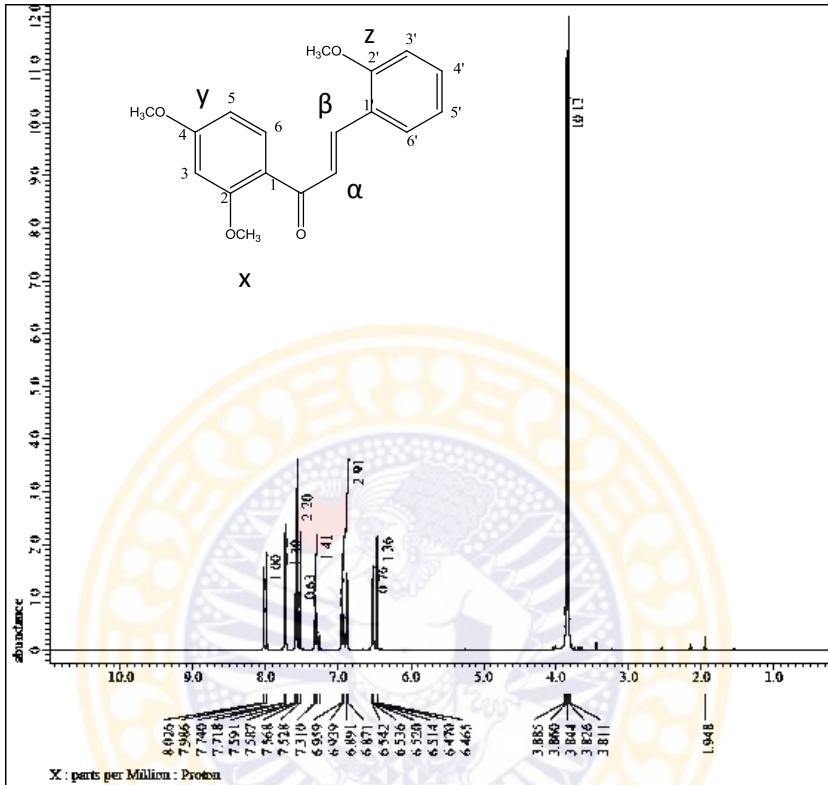
Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	
	Pustaka*	Hasil Sintesis
C = O	1670-1600	1644
Benzena	1600-1474	1602 dan 1487
C - H	3050-3010	2996
C-O-C	1250 - 1040	1256 dan 1051
Ortho	750	765

Ket : \*Pavia, 2009.

Dari data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa bilangan gelombang senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon hasil sintesis tidak jauh berbeda dibandingkan dengan data pada pustaka Pavia yang digunakan.

### **5.5.6 Identifikasi Senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan Spektrofotometri $^1\text{HNMR}$**

Identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  dilakukan sesuai dengan prosedur 4.8.5. Identifikasi dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  dilakukan untuk mendeteksi jumlah dan jenis proton yang ada pada senyawa hasil sintesis. Pelarut yang digunakan untuk identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  yaitu  $\text{CDCl}_3$ . Hasil identifikasi senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan spektrofotometri  $^1\text{HNMR}$  dan interpretasi datanya ditunjukkan pada gambar dan tabel 5.5.6 dibawah ini.



Gambar 5.5.6 Spektrum resonansi magnetik proton ( $^1\text{H-NMR}$ ) senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon

Keterangan

Pelarat :  $\text{CDCl}_3$

Alat : Spektrofotometri FT-NMR JEOL ECS-400

Tabel 5.5.6 Interpretasi data spektrum H-NMR senyawa 2,2',4'-trimetoksikhalkon

<b>Geseran Kimia (ppm)</b>	<b>Multiplisitas</b>	<b>Proton</b>	<b>Posisi</b>
8,01	Doblet ( $J = 16$ Hz)	1H	C $\beta$
7,72	Doblet ( $J = 12$ Hz)	1H	C $\alpha$
6,54	Doblet	1H	C5
7,58	Doblet	1H	C6
6,46	Singlet	1H	C3
6,96 – 6,94	Multiplet	3H	C3', C4', C5'
7,58	Doblet	1H	C6'
3,86	Singlet	3H	Cx
3,84	Singlet	3H	Cy
3,81	Singlet	3H	Cz
Total Proton		18H	

## BAB VI

### PEMBAHASAN

#### 6.1 Sintesis Senyawa Khalkon dan Senyawa 2-metoksikhalkon

Untuk mengetahui pengaruh gugus metoksi terhadap hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon, maka dilakukan perbandingan terhadap persen hasil sintesis yang diperoleh dari sintesis senyawa khalkon dan sintesis senyawa 2-metoksikhalkon.

Sintesis senyawa khalkon dilakukan dengan mereaksikan senyawa asetofenon dan benzaldehida. Sedangkan sintesis senyawa 2-metoksikhalkon dilakukan dengan mereaksikan asetofenon dan 2-metoksibenzaldehida. Katalis yang digunakan dalam reaksi ini yaitu larutan NaOH 60%. Hasil sintesis dari kedua reaksi senyawa tersebut berupa padatan kristal jarum berwarna kuning pucat. Persen hasil sintesis senyawa khalkon yang dihasilkan sebesar  $75\% \pm 2,35$  dan persen hasil senyawa 2-metoksikhalkon yang dihasilkan sebesar  $85\% \pm 6,79$ .

Uji kemurniaan senyawa khalkon dan 2-metoksikhalkon dengan KLT dilakukan dengan menggunakan tiga eluen yang berbeda. Pada uji kemurnian senyawa khalkon didapatkan noda tunggal yang berbeda dari senyawa awal, begitu pula noda yang dihasilkan pada pelat KLT dari senyawa 2-metoksikhalkon yaitu satu buah noda tunggal yang berbeda dari senyawa awal.

Pada penentuan titik lebur senyawa. Senyawa hasil reaksi dikatakan murni apabila jarak lebur tidak lebih dari  $2^\circ \text{C}$ . Dari hasil pengamatan yang dilakukan, jarak lebur senyawa khalkon yaitu  $53-54^\circ \text{C}$

sedangkan jarak lebur senyawa 2-metoksikhalkon sebesar 58-59° C. Dari data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa kedua senyawa yang didapat dari hasil sintesis tersebut murni.

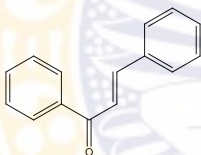
Selain dilakukan uji kemurnian, kedua senyawa hasil sintesis yaitu senyawa khalkon dan 2-metoksikhalkon juga dilakukan uji identifikasi senyawa. Uji identifikasi senyawa yang dilakukan antara lain yaitu uji identifikasi dengan menggunakan spektrofotometer Uv, spektrofotometer FTIR dan spektrofotometer <sup>1</sup>H-NMR.

Pada uji identifikasi senyawa dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, dilakukan untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis. Senyawa khalkon dan 2-metoksikhalkon menunjukkan adanya cincin benzena, alkena C = C , gugus keton C = O, dan ikatan C – H. Sedangkan pada 2-metoksikhalkon terdapat serapan tambahan yang menunjukkan adanya ikatan C – O – C dan serapan pada daerah 752 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya substituen pada posisi ortho. Untuk membuktikan bahwa senyawa hasil sintesis memiliki dua buah cincin benzena maka dilakukan uji dengan menggunakan spektrofotometer HNMR dengan melihat jumlah proton dan adanya dua kelompok serapan yang berbeda akibat terikat pada substituen yang berbeda yaitu gugus karbonil dan alkena. Pada senyawa khalkon terdapat 10 proton dan pada 2-metoksikhalkon terdapat 12 proton dimana terdapat satu puncak singlet dengan jumlah proton sebanyak 3 pada daerah pergeseran kimia 3,89 ppm.

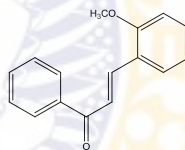
Sedangkan hasil pengamatan dengan spektrofotometer Uv, didapatkan dua serapan panjang gelombang yang menunjukkan gugus benzoil dan sinamoil yaitu pada panjang gelombang 210 nm (absorban = 0,37629) dan panjang gelombang 308 nm (absorban = 0,66704) untuk

senyawa khalkon. Sedangkan untuk senyawa 2-metoksikhalkon didapatkan dua serapan pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,79491) dan panjang gelombang 298 nm (absorban = 0,61963). Serapan senyawa 2-metoksikhalkon tidak mengalami pergeseran karena dapat disebabkan oleh adanya substituen posisi ortho yang menyebabkan terjadinya halangan sterik sehingga posisinya tidak sebidang dan menghambat terjadinya resonansi (Pavia,2009).

Berdasarkan data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis yang didapat yaitu senyawa khalkon dengan nama IUPAC *trans*-1,3-difenilprop-2-en-1-on dan senyawa 2-metoksikhalkon dengan nama IUPAC *trans*-3-(2-metoksifenil)-1-fenilprop-2-en-1-on. Berikut gambar struktur senyawa khalkon dan 2-metoksikhalkon pada gambar 6.1.a dan 6.1.b.



Gambar 6.1.a Struktur senyawa khalkon



Gambar 6.1.b Struktur senyawa 2-metoksikhalkon

## 6.2 Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 2,2',4-trimetoksikhalkon

Untuk mengetahui pengaruh gugus metoksi terhadap hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon, maka dilakukan perbandingan terhadap persen hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan persen hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.



Sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dilakukan dengan mereaksikan senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon dan benzaldehida. Sedangkan sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dilakukan dengan mereaksikan 2,4-dimetoksiasetofenon dan 2-metoksibenzaldehida dengan kondisi yang sama. Katalis yang digunakan dalam reaksi ini yaitu larutan NaOH 60%. Hasil sintesis dari kedua reaksi senyawa tersebut berupa padatan kristal jarum berwarna kuning. Persen hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon yang dihasilkan sebesar  $92 \% \pm 0,47$  dan persen hasil senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon yang dihasilkan sebesar  $95 \% \pm 0,82$ . Adanya gugus metoksi pada 2-metoksibenzaldehida bersifat mesomeri positif yang memberikan elektronnya pada cincin aromatis sehingga dapat beresonansi. Dengan adanya penambahan elektron pada cincin benzena, dapat menyebabkan atom C karbonil menjadi lebih mudah diserang oleh nukleofil sehingga reaksi adisi nukleofilik menjadi lebih mudah dan lebih cepat terbentuk. Untuk memastikan bahwa senyawa yang dihasilkan murni maka dilakukan uji kemurnian dengan menggunakan KLT dan penentuan titik lebur senyawa.

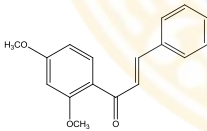
Uji kemurnian senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan KLT dilakukan dengan menggunakan tiga eluen yang berbeda. Senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 2,2',4-trimetoksikhalkon hasil reaksi dibandingkan dengan senyawa awal 2,4-dimetoksiasetofenon. Masing masing senyawa ditotolkan pada pelat KLT kemudian dieluasi. Hasil eluasi kemudian diamati dan dihitung  $R_f$  nya. Pada uji kemurnian senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 2,2',4-trimetoksikhalkon digunakan tiga eluen dan didapatkan noda tunggal yang berbeda dari senyawa awal, sehingga kedua senyawa yang didapatkan dari hasil sintesis tersebut dapat dikatakan murni.

Uji kemurnian senyawa 2,4-dimetoksihalkon dan 2,2',4-trimetoksihalkon berikutnya yaitu penentuan titik lebur senyawa. Senyawa hasil reaksi dikatakan murni apabila jarak lebur tidak lebih dari 2° C. Dari hasil pengamatan yang dilakukan, jarak lebur senyawa 2,4-dimetoksihalkon yaitu 73-75 ° C sedangkan jarak lebur senyawa 2,2',4-trimetoksihalkon sebesar 105-106° C. Dari data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa kedua senyawa yang didapat dari hasil sintesis tersebut murni.

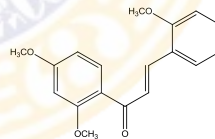
Selanjutnya dilakukan uji identifikasi senyawa yaitu antara lain uji identifikasi dengan menggunakan spektrofotometer Uv, spektrofotometer FTIR dan spektrofotometer <sup>1</sup>H-NMR. Pada uji identifikasi senyawa dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, dilakukan untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis. Senyawa 2,4-dimetoksihalkon dan 2,2',4-trimetoksihalkon menunjukkan adanya cincin benzena, alkena C = C , gugus keton C = O, ikatan C – H dan C – O - C. Sedangkan pada 2,2',4-trimetoksihalkon terdapat serapan tambahan pada daerah 765 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya substituen pada posisi ortho. Untuk membuktikan bahwa senyawa hasil sintesis memiliki dua buah cincin benzena maka dilakukan uji dengan menggunakan spektrofotometer HNMR dengan melihat jumlah proton dan adanya dua kelompok serapan yang berbeda akibat terikat pada substituen yang berbeda yaitu gugus karbonil dan alkena. Pada senyawa 2,4-dimetoksihalkon terdapat 16 proton dan pada 2,2',4-trimetoksihalkon terdapat 18 proton. Pada 2,4-dimetoksihalkon terdapat dua puncak singlet, sedangkan pada 2,2',4-trimetoksihalkon terdapat tiga puncak singlet dengan jumlah proton masing - masing sebanyak 3 pada daerah pergeseran kimia 3,89 ppm, 3,84 ppm dan 3,81 ppm yang menunjukkan adanya substituen metoksi.

Sedangkan hasil pengamatan dengan spektrofotometer Uv, didapatkan dua serapan panjang gelombang yang menunjukkan gugus benzoil dan sinamoil yaitu pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,66016) dan panjang gelombang 308 nm (absorban = 0,71339) untuk senyawa 2,4-dimetoksikhalkon. Sedangkan untuk senyawa 2,2',4-trimetoksi khalkon didapatkan dua serapan pada panjang gelombang 212 nm (absorban = 0,62555) dan panjang gelombang 348 nm (absorban = 0,45029). Dari data spektrum Uv yang didapat terjadi pergeseran panjang gelombang pada senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dikarenakan adanya gugus auksokrom ( $-\text{OCH}_3$ ) yang terikat pada gugus aromatis.

Berdasarkan data yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis yaitu senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan nama IUPAC *trans* - 1 - (2,4-dimetoksifenil)-3-fenilprop-2-en-1-on dan senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan nama IUPAC *trans* - 1 - (2,4-dimetoksifenil)-3- (2-metoksifenil)prop-2-en-1-on. Berikut gambar 6.2.a merupakan struktur senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dan 6.2.b gambar struktur senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon.



Gambar 6.2.a Struktur senyawa  
2,4-di metoksikhalkon



Gambar 6.2.b Struktur senyawa  
2,2',4-trimetoksikhalkon

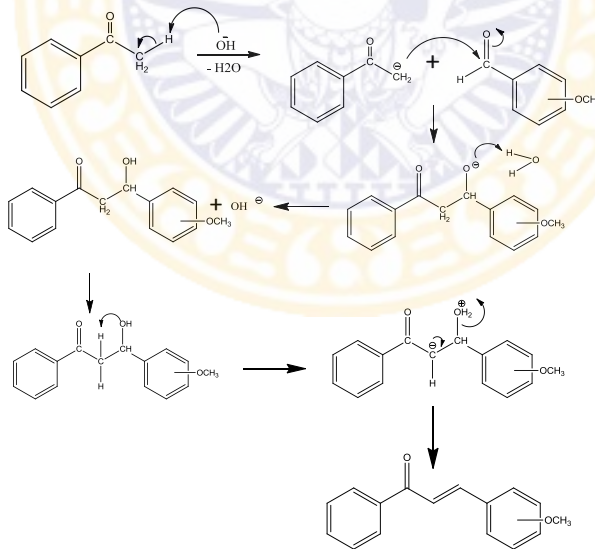
### 6.3 Pengaruh Gugus Metoksi Pada Sintesis Turunan Khalkon

Berdasarkan hasil penelitian didapatkan data bahwa dengan adanya substituen gugus metoksi, persentase hasil sintesis senyawa turunan khalkon meningkat. Tabel 6.3 menunjukkan persen rata-rata dari hasil sintesis senyawa turunan khalkon.

Tabel 6.3 Persentase rata-rata hasil sintesis senyawa turunan khalkon

Senyawa	% rata-rata hasil sintesis
Khalkon	75 % ± 2,35
2-metoksikhalkon	85 % ± 6,79
2,4-dimetoksikhalkon	92 % ± 0,47
2,2',4-trimetoksikhalkon	95 % ± 0,82

Adanya gugus metoksi (-OCH<sub>3</sub>) bersifat mesomeri positif yang memberikan elektronnya pada cincin aromatis sehingga dapat beresonansi. Dengan adanya penambahan elektron pada cincin benzena, dapat menyebabkan atom C karbonil menjadi lebih mudah diserang oleh nukleofil sehingga reaksi adisi nukleofilik menjadi lebih mudah dan lebih cepat terbentuk. Berikut adalah gambar mekanisme reaksi aldol silang (Gambar 6.3).



Gambar 6.3 Mekanisme reaksi aldol silang

**BAB VII****KESIMPULAN DAN SARAN****7.1 KESIMPULAN**

1. Adanya gugus metoksi (-OCH<sub>3</sub>) pada benzaldehida meningkatkan persentase hasil sintesis senyawa 2-metoksikhalkon dengan persentase hasil sebesar 85 % ± 6,79 dibanding dengan persentase hasil sintesis senyawa khalkon sebesar 75 % ± 2,35.
2. Adanya gugus metoksi (-OCH<sub>3</sub>) pada benzaldehida meningkatkan persentase hasil sintesis senyawa 2,2',4-trimetoksikhalkon dengan persentase hasil sebesar 95 % ± 0,82 dibanding dengan persentase hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon sebesar 92 % ± 0,47.
3. Adanya gugus metoksi (-OCH<sub>3</sub>) pada asetofenon dapat meningkatkan persentase hasil sintesis senyawa 2,4-dimetoksikhalkon dengan persentase hasil sebesar 92 % ± 0,47 dibanding dengan persentase hasil sintesis senyawa khalkon sebesar 75 % ± 2,35.

**7.2 SARAN**

1. Melanjutkan penelitian untuk uji aktivitas senyawa turunan khalkon hasil sintesis.
2. Melakukan sintesis turunan khalkon dengan berbagai jenis substituen untuk menghasilkan senyawa khalkon dengan beragam aktivitas farmakologi dan agar dapat meningkatkan hasil sintesis senyawa khalkon.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abraham, Gomez Rivera., Hidemi, Aguilar Mariscal., dan Nancy, Romero. 2013. **Synthesis and anti-inflammatory activity of three nitro chalcones**. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* 23 hal. 5519–5522.
- Aksoz, Begum Evranoz, dan Ertan, Rahmiye. 2011. Chemical and Structural Properties of Chalcones I. **J. Pharm. Sci.**, 36, Hal. 223-242.
- Balkhrisna, Tiwari., Pratapwar, A. S., Tapas, A. R. 2010. Synthesis and Antimicrobial Activity of Some Chalcone Derivatives. **International Journal of Chem. Tech. Research** Vol. 2 (1) hal. 499-503.
- Belwal, Savita. 2013. Green Revolution in Chemistry by Microwave Assisted Synthesis: A Review. **Modern Chemistry**. Vol. 1, No. 3, 2013, pp. 22-25.
- Bruice, P. Y. 2007. **Organic Chemistry 5<sup>th</sup>**. New York.
- Budimarwanti, C., dan Handayani, Sri. 2010. Efektivitas Katalis Asam Basa Pada Sintesis 2-hidroksikalkon, Senyawa yang Berpotensi Sebagai Zat Warna. **Jurdik Kimia**. FMIPA UNY.
- Buiyan, M. M. H., Hossain, M. Ismail., Al-Amin, Mohammed. 2011. Microwave-assisted Efficient Synthesis of Chalcones as Probes for Antimicrobial Activities. **Journal of Chemistry**, Vol. 01, Issue 01.
- Choudary, Alka N., dan Juyal, Vijay. 2011. Synthesis of Chalcone and Their Derivatives as Antimicrobial Agents. **International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences**, Vol.3.
- Clayden, Jonathan., Greeves, Nick. 2001. **Organic Chemistry**. New York : Oxford University Press.
- Dragana, D. Botic., Milenkovic, Marina. 2014. Antibacterial activity of three newly-synthesized chalcones & synergism with antibiotics against clinical isolates of methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* . **Indian J.med.Res.** 140, hal. 130-137.

Dyrager, Christine. 2012. **Design and Synthesis of Chalcone and Chromone Derivatives as Novel Anticancer Agents**. [Thesis]. Sweden : Departemen Kimia, Universitas Gothenburgh.

Echeverria, Cesar., Santibanezz, Juan Francisco., Tauda, Oscar Danoso. 2009. Structural Antitumoral Activity Relationships of Synthetic Chalcones. **Int. J. Mol. Sci.** 10, hal. 221-231.

Eryanti, Yum., Zamri, Adel., Jasril dan Rahmita. 2009. Sintesis Turunan 2'-hidroksi Kalkon melalui Kondensasi Claisen-Schmidt dan Uji Aktivasnya sebagai Antimikroba. **Jurnal Natur Indonesia** 12(2), hal. 223-227.

Fessenden dan Fessenden. 1986. **Kimia Organik Edisi Ketiga**. Jakarta : Penerbit Erlangga.

Harmawan, Adityo., Ridho, Ali., dan Pringgenies, Delianis. 2012. Uji Fitokimia dan Aktifitas Anti Bakteri Ekstrak Media Supernatan Bakteri Symbion Vibrio sp. Gastropoda Oliva vidua Terhadap Bakteri Multi Drug Resistant. **Journal Of Marine Research** Vol. 1 hal. 84-89.

Jayapal, M. R., dan Sreedhar, N. Y. 2010. Synthesis and Characterization of 4-hydroxy chalcones by Aldol Condensation using SOCl<sub>2</sub>/EtOH. **International Journal of Current Pharmaceutical Research**.

Kumar, Shashank dan Abhay K. Pandey. 2013. *Review Article* : Chemistry and Biological Activities of Flavonoids An Overview. **Hindawi Publishing Corporation The Scientific World Journal**.

Lahsani, Siham Abdelrahmane., Al-Korbi, Faeza Hamad., dan Nabilah, Abdel-Aziz Aljaber. 2014. Synthesis, characterization and evaluation of antioxidant activities of some novel chalcones analogues. **Chemistry Central Journal** 8:32.

Lidström, Pelle., Tierney, Jason., Wathey, Bernard and Westman, Jacob. 2001. Microwave Assisted Organic Synthesis- a review. **Tetrahedron**. 57. 9225-9283.

Mc. Murry, J. 2016. **Organic Chemistry 9<sup>th</sup> ed.** Thomson Learning Inc. USA.

**Merck Index 14<sup>th</sup>** ed. 2006.

Mohan, Sahoo Biswa., Behera, T. P., dan Ravi, Kumar. 2010. Microwave Irradiation Versus Conventional Method: Synthesis of Benzimidazolyl Chalcone Derivatives. **International Journal of ChemTech Research** Vol.2, No.3, hal. 1634-1637.

Nüchter, M., *et al.*, 2004. Microwave Assisted Synthesis – A Critical Technology Overview. **www.rsc.org/greenchem**.

Patil, Chetana B., Mahajan, S. K., dan Katti, Suvarna A. 2009. Chalcone: A Versatile Molecule. **J. Pharm. Sci. & Res.** Vol. 1 (3) hal. 11-22.

Pavia, L. Donald., Lampman, M. Garry., Kriz, George S., and Vyvyan., 2009. **Introduction of Spectroscopy 4<sup>th</sup> edition**. Department of Chemistry Western Washington University, Bellingham Washington.

Rahman, A. F. M. Motiour., Ali, Roushown., Jahng , Yurngdong. 2012. A Facile Solvent Free Claisen-Schmidt Reaction: Synthesis of  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -bis-(Substituted-benzylidene)cycloalkanones and  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -bis-(Substituted-alkylidene)cycloalkanones. **Molecules** 17 hal. 571-583.

Rayar, Anita., Veitia, Maite Sylla., dan Ferroud, Cloutide. 2015. An efficient and selective microwave-assisted Claisen-Schmidt reaction for the synthesis of functionalized benzalacetones . **Springerplus** 4 : 221.

Selepe, Mamoalosi A., dan Van Heerden, Fanie R. 2013. Application of the Suzuki-Miyaura Reaction in the Synthesis of Flavonoids. **Molecules** 18 hal. 4739-4765.

Srivastava, Y. K. 2008. Ecofriendly Microwave Assisted Synthesis of Some Chalcones. **Rasayan J. Chem.** Vol. 1, No. 4, 884-886.

Stephen, Bresnick. 2004. **Kimia Organik**. Jakarta : Hipokrates.

Suvitha, Syam., Abdelwahab, Siddig Ibrahim., Al-Mamary, Mohammad Ali. 2012. Synthesis of Chalcones with Anticancer Activities. **Molecules** 17 hal. 6179-6195.

Suzana., S., Melanny Ika., N., Kholis Amalia., Ekowati, Juni., Rudiyanto, Marcellino., Poerwono, Hadi., Budiati, Tutuk. 2013. Pengaruh Gugus Metoksi Posisi *Orto* (o) dan *Para* (p) pada Benzaldehida Terhadap



Sintesis Turunan Khalkon Dengan Metode Kondensasi Aldol. **Berkala Ilmiah Kimia Farmasi Vol. 2 No. 1** .

Suwito, Hery., Jumina., Mustofa. 2014. Design and Synthesis of Chalcone Derivatives as Inhibitors of the Ferredoxin — Ferredoxin-NADP+ Reductase Interaction of *Plasmodium falciparum*: Pursuing New Antimalarial Agents. **Molecules** 19 hal. 21473-21488.

Syarif, Amir., Setiawati, Arini., Ascobat, Purwastyastuti. 2007. **Farmakologi dan Terapi edisi 5**. Jakarta : Departemen Farmakologi dan Terapeutik Fakultas Kedokteran UI.

Ventura, Thatiana Lopes., Calixto, Sanderson Dias. 2015. Antimycobacterial and Anti-Inflammatory Activities of Substituted Chalcones Focusing on an Anti-Tuberculosis Dual Treatment Approach. **Molecules** 20 hal. 8072-8093.

Umar, Fatimah., Pahlemy, Helsy., dkk. 2011. **Pedoman Pelayanan Kefarmasian Untuk Terapi Antibiotik**. Jakarta : Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.

Zhang Wu, Jian., Cheng, Chan-Chan., Shen, Lai-Lai. 2014. Synthetic Chalcones with Potent Antioxidant Ability on H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Induced Apoptosis in PC12 Cells. **Int. J. Mol. Sci.** 15 Hal. 18525-18539.

