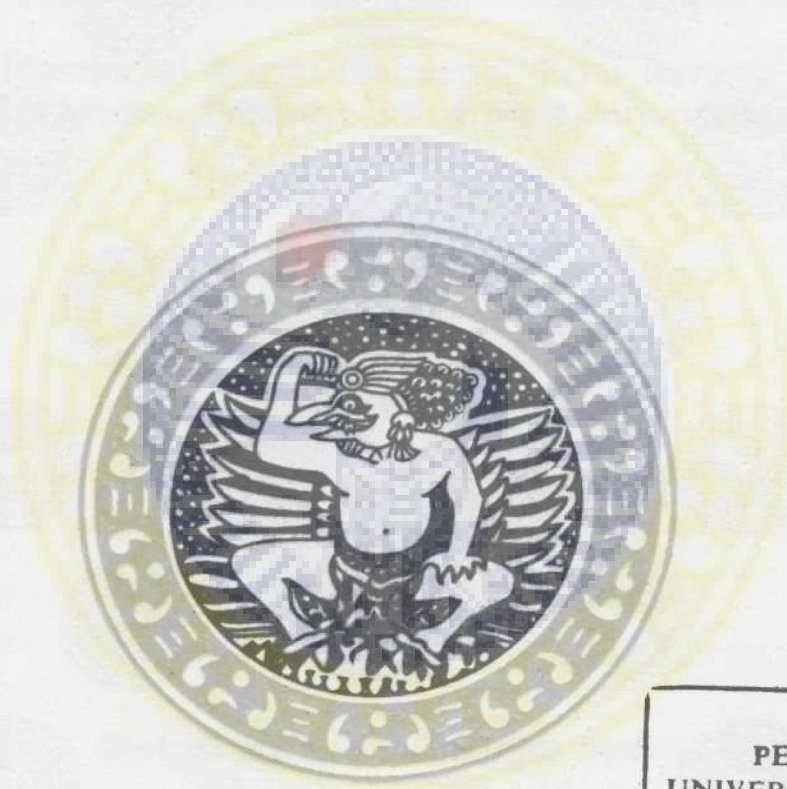


SKRIPSI

ERLINA ARDHAYANTI

FKK-2
KKB
FF. 229/0
Ard
P.

**PENGARUH GUGUS METOKSI (PARA) PADA
BENZALDEHIDA DALAM SINTESIS N'-(4-METOKSI
BENZILIDEN)BENZOHIDRAZIDA**



**MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA**

**FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS AIRLANGGA
DEPARTEMEN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2009**

RINGKASAN

Pada penelitian ini, ingin diketahui pengaruh gugus metoksi (*para*) pada benzaldehida dalam serangkaian tahapan sintesis yang akan menghasilkan senyawa *N'*-(benziliden)benzohidrazida dan senyawa *N'*-(4-metoksibenziliden)-benzohidrazida. Pada sintesis kedua senyawa tersebut, terdapat tiga tahap reaksi yang harus dilalui yaitu reaksi esterifikasi asam benzoat, reaksi substitusi asil nukleofilik (reaksi pembentukan amida), dan reaksi adisi nukleofilik (reaksi pembentukan imina).

Reaksi tahap pertama, asam benzoat direaksikan dengan metanol (CH₃OH). Volume CH₃OH dilebihkan agar kesetimbangan reaksi selalu berjalan ke arah kanan (ke arah produk), karena tahap pertama ini adalah reaksi esterifikasi Fischer yang bersifat reversibel. Ditambahkan H₂SO₄ p sebagai katalis. Reaksi ini berlangsung selama 4 jam. Reaksi tahap pertama ini diperoleh senyawa metil benzoat.

Reaksi tahap kedua, metil benzoat direaksikan dengan hidrazin hidrat, digunakan pelarut CH₃OH. Dipanaskan selama 3 jam dengan dipasang pendingin balik. Digunakan *magnetic stirrer* untuk pengaduk dan agar pemanasan merata. Senyawa hasil reaksi diuapkan dalam lemari asam, kemudian disaring menggunakan corong Buchner. Senyawa padat direkristalisasi dengan pelarut campur kloroform:heksana (2:1). Dilakukan uji kemurnian dan senyawa. Reaksi tahap kedua ini diperoleh senyawa baru yaitu benzohidrazida.

Tahap reaksi modifikasi, direaksikan senyawa benzohidrazida dengan 4-metoksibenzaldehida menggunakan pelarut etanol dan ditambahkan HCl p sebagai katalis. Reaksi dilakukan seperti tahap ketiga. Senyawa baru hasil modifikasi kemudian direkristalisasi dengan pelarut etanol 70%. Setelah didapatkan kristal yang diinginkan, kemudian dilakukan uji kemurnian dan identifikasi senyawa.

Uji kemurnian senyawa hasil sintesis dengan penentuan jarak lebur dilakukan dengan alat penentu jarak lebur *Electrothermal Melting Point Apparatus*. Diperoleh jarak lebur 104⁰-108⁰C. Senyawa *N'*-(4-metoksibenziliden)benzohidrazida didapatkan jarak lebur 159⁰-161⁰C.

Uji kemurnian yang dilakukan dengan KLT menggunakan 3 fase gerak yang berbeda kepolarannya. Berdasarkan harga R_f yang didapatkan, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa yang murni karena memberikan satu noda dengan harga R_f yang berbeda apabila dibandingkan dengan benzohidrazida.

Identifikasi senyawa yang dilakukan dengan spektrofotometer ultraviolet bertujuan mengetahui jumlah serapan dan nilai absorban, karena senyawa yang mengandung ikatan rangkap terkonjugasi dapat memberi serapan UV. Berdasarkan data yang diperoleh, senyawa *N'*-(benziliden)benzohidrazida memberi tiga serapan yaitu pada panjang gelombang 202 nm (absorban = 0.572), panjang gelombang 217 nm (absorban = 0.475), dan panjang gelombang 294 nm (absorban = 0.790). Senyawa *N'*-(4-metoksibenziliden)benzohidrazida memberi tiga serapan yaitu pada panjang gelombang 204 nm (absorban = 0.358), panjang gelombang 224 nm (absorban = 0.487), dan panjang gelombang 331 nm (absorban = 1.168). Pada senyawa awal (benzohidrazida) memberi dua serapan

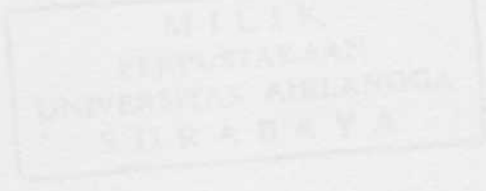
pada panjang gelombang 221 nm (absorban = 0.653) dan pada panjang gelombang 203 nm (absorban = 0.663). Telah terjadi perbedaan jumlah serapan dan panjang gelombang antara senyawa awal dengan senyawa hasil reaksi.

Identifikasi senyawa yang dilakukan dengan spektrofotometer inframerah dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada struktur senyawa hasil sintesis. Dari spektrum inframerah yang didapatkan pada senyawa *N'*-(benziliden)benzohidrazida, terdapat gugus fungsi ulur N-H pada bilangan gelombang 3183 cm^{-1} , C-H aromatik pada bilangan gelombang 3053 cm^{-1} , C-H alifatis pada bilangan gelombang 2837 cm^{-1} , C=O amida pada bilangan gelombang 1643 cm^{-1} , C=N pada bilangan gelombang 1603 cm^{-1} , C=C aromatik pada bilangan gelombang 1549 cm^{-1} , dan C-N amida pada bilangan gelombang 1479 cm^{-1} . Spektrum inframerah yang didapatkan pada senyawa *N'*-(4-metoksibenziliden)benzohidrazida, terdapat gugus fungsi ulur N-H pada bilangan gelombang 3158 cm^{-1} , C-H aromatik pada bilangan gelombang 3029 cm^{-1} , C=O amida pada bilangan gelombang 1606 cm^{-1} , C=N pada bilangan gelombang 1565 cm^{-1} , C=C aromatik pada bilangan gelombang 1508 cm^{-1} , C-H alifatis pada bilangan gelombang 1422 cm^{-1} , C-N amida pada bilangan gelombang 1306 cm^{-1} , dan C-O eter pada bilangan gelombang 1253 cm^{-1} .

Identifikasi senyawa dengan spektrometer resonansi magnetik inti bertujuan untuk mengetahui jumlah dan jenis proton pada senyawa hasil sintesis. Dari identifikasi senyawa *N'*-(benziliden)benzohidrazida dapat diketahui adanya 12 proton H yang terdiri dari 10 proton H dari gugus C-H aromatis pada daerah 7–8 ppm, 1 proton H dari gugus C-H alifatis pada daerah 9.2 ppm, dan terbentuk ion exchange antara gugus N-H dengan H_2O yang membentuk puncak pada daerah 1.6 ppm. Dari identifikasi senyawa *N'*-(4-metoksibenziliden)benzohidrazida dapat diketahui adanya 13 proton H yang terdiri dari 9 proton H dari gugus C-H aromatis pada daerah 7–8 ppm, 1 proton H dari gugus C-H alifatis pada daerah 8.4 ppm, 3 proton H dari gugus $-\text{CH}_3$ pada daerah 4 ppm, sedangkan proton H dari gugus N-H tidak nampak pada spektra.

Dari penelitian yang telah dilakukan, persentase hasil sintesis senyawa *N'*-(benziliden)benzohidrazida sebesar 86.39% dan senyawa *N'*-(4-metoksibenziliden)benzohidrazida sebesar 92.26%. Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa dengan adanya gugus metoksi posisi *para* pada benzaldehida (*p*-metoksibenzaldehida) berfungsi sebagai aktivator yang akan menimbulkan efek resonansi, sehingga atom C aromatik yang terikat pada atom C karbonil akan bermuatan negatif, sedangkan atom C karbonil sendiri bermuatan positif (memudahkan terbentuknya pusat C^+ karbonil). Terbentuknya pusat C^+ karbonil akan memudahkan masuknya nukleofilik pada atom C^+ karbonil, sehingga akan memberikan persentase hasil yang lebih besar dibandingkan tanpa adanya gugus metoksi posisi *para* pada benzaldehida.

Gugus metoksi tidak menimbulkan efek halang ruang, karena jarak antara gugus $-\text{OCH}_3$ dengan atom C karbonil yang jauh. Penambahan gugus metoksi posisi *para* pada benzaldehida pada penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan persen hasil senyawa turunan hidrazon. Senyawa yang dihasilkan adalah kristal jarum berwarna putih dan bersifat stabil terhadap udara.



ABSTRACT

In this research, the synthesis of *N'*-benzylidenebenzohydrazide and *N'*-(4-Methoxybenzylidene)benzohydrazide have been done. There were three steps reaction, first step was reaction between benzoic acid and methanole produces methyl benzoate, it is called esterification reaction. The second step was reaction between methyl benzoate and hydrazine produces benzohydrazide, it is called substitution nucleophylic reaction. The third step was reaction between benzohydrazide and benzaldehyde produces *N'*-Benzylidenebenzohydrazide, it is called adition nucleophylic reaction. For modification, benzaldehyde was substituted with 4-methoxybenzaldehyde. The process reaction is same with third step, produces *N'*-(4-methoxybenzylidene)benzohydrazide.

This research purposed to know effect of methoxy (-OCH₃) in para position of benzaldehyde toward percent yield the reaction. The purity of this products shown by the single spot on TLC test and narrow range melting point test. The products was identified by UV spectrophotometry, IR spectrophotometry, and ¹H-NMR spectrometry. The yield of *N'*-Benzylidenebenzohydrazide and is and *N'*-(4-methoxybenzylidene)benzohydrazide are 86% and 92% respectively.

Key word: Synthesis, *p*-Methoxybenzaldehyde, *N'*-(benzylidene)-benzohydrazide and *N'*-(4-methoxybenzylidene)benzohydrazide.

