

## RINGKASAN

**SINTESIS 2-HIDROKSI-N'-(4-HIDROKSI-3-METOKSIBENZILIDEN)BENZOHIDRAZIDA DARI 2-HIDROKSIBENZOHIDRAZIDA DAN VANILIN DENGAN METODE IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

Diah Ayu Triwahyuni

Senyawa hidrazon banyak dikembangkan untuk mendapatkan obat-obat baru. Salah satu pengembangannya yaitu dengan direaksikan dengan aldehida. Reaksi antara keduanya dilaporkan banyak memiliki aktivitas farmakologis (Wardakhan *et al.*, 2013). Oleh karena itu, dilakukan sintesis senyawa dengan mereaksikan senyawa hidrazon dengan turunan aldehida, yaitu vanilin. Vanilin dipilih karena senyawa ini mudah diperoleh di pasaran namun tidak banyak digunakan sebagai bahan awal sintesis senyawa obat.

Struktur vanilin mirip benzaldehida. Hanya saja pada vanilin terdapat gugus *p*-OH dan *m*-OCH<sub>3</sub>. Oleh karena itu, pada penelitian ini selain bertujuan untuk mensintesis senyawa target, juga bertujuan untuk mengetahui pengaruh kereaktifan vanilin ditinjau dari persentase hasil sintesis.

Sintesis senyawa target (2-hidroksi-N'-(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)benzohidrazida) dilakukan melalui dua tahapan. Tahap pertama yaitu sintesis 2-hidroksibenzohidrazida. Metode sintesis senyawa ini dilakukan sesuai metode dari Budiati (2012). Tahap kedua reaksi yaitu sintesis (2-hidroksi-N'-(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)benzohidrazida) dan N'-benziliden-2-hidroksi benzohidrazida sebagai senyawa pembanding.

Sintesis senyawa pembanding (N'-benziliden-2-hidroksibenzohidrazida) dilakukan sesuai metode sintesis dari penelitian sebelumnya (Budiati, 2012). Pemantauan kesempurnaan reaksi dilakukan dengan metode KLT. Eluen yang digunakan yaitu campuran etil asetat dan kloroform (1:1). Dari hasil KLT diketahui pada hasil sintesis terdapat tiga noda masing-masing adalah noda dari senyawa hasil sintesis (senyawa A), noda benzaldehida, serta noda asam benzoat. Oleh karena itu, dilakukan pencucian dengan etanol, Na bikarbonat 10%, dan air.

Berdasarkan hasil uji kemurnian dengan KLT diketahui senyawa A hanya memiliki satu noda dan jarak lebur senyawa A yaitu antara 250 – 251°C. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa senyawa A sudah tunggal dan murni. Identifikasi senyawa A dengan spektrofotometer UV-Vis memberikan hasil  $\lambda_{\text{maks}}$  senyawa A yaitu 312 nm. Sedangkan  $\lambda_{\text{maks}}$  *N'*-benziliden-2-hidroksibenzohidrazida dari literatur yaitu 313 nm (Budiati, 2012).

Dari hasil interpretasi spektra IR dan <sup>1</sup>H-NMR senyawa A, diketahui bahwa senyawa A memiliki pola spektra yang identik dengan dengan pola spektra dari *N'*-benziliden-2-hidroksibenzohidrazida yang sudah disintesis pada penelitian sebelumnya (Budiati, 2012).

Selanjutnya dilakukan sintesis 2-hidroksi-*N'*-(4-hidroksi-3-metoksi benziliden)benzohidrazida dengan metode sintesis sesuai dengan metode sintesis *N'*-benziliden-2-hidroksibenzohidrazida. Kesempurnaan reaksi sintesis diamati dengan metode KLT menggunakan eluen etil asetat dan heksana (3:1). Pembanding yang digunakan adalah 2-hidroksibenzohidrazida dan vanilin.

Dari hasil pengamatan, pada hasil sintesis terdapat dua noda yang diduga merupakan noda dari molekul target (senyawa B) dan noda dari bahan awal yang berlebih (vanilin). Oleh karena itu, untuk menghilangkan sisa vanilin dilakukan pencucian dengan etanol. Selanjutnya padatan hasil sintesis direkristalisasi dengan etanol 70%.

Dari uji kemurnian melalui metode KLT dengan tiga eluen berbeda dan penentuan jarak lebur, diketahui senyawa B hanya mempunyai satu noda dengan jarak lebur senyawa yaitu 210 – 211°C. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis (senyawa B) tunggal dan murni. Dari identifikasi dengan spektrofotometer UV-Vis diketahui  $\lambda_{\text{maks}}$  senyawa C yaitu 332 nm dengan pola spektra yang hampir serupa dengan bahan awal (2-hidroksibenzohidrazida).

Identifikasi dengan spektroskopi IR memberikan hasil spektra senyawa B yang mirip dengan bahan awal, yaitu 2-hidroksibenzohidrazida dan vanilin. Perbedaan serapan senyawa B dengan 2-hidroksibenzohidrazida yaitu hilangnya serapan –NH<sub>2</sub>. Sedangkan perbedaan dengan vanilin yaitu hilangnya serapan dari gugus –C=O aldehida. Selain itu, juga muncul serapan baru pada 1564 cm<sup>-1</sup> yang diduga merupakan serapan dari gugus –C=N. Pemastian struktur senyawa C dilakukan dengan spektrofotometer resonansi magnetik inti proton (<sup>1</sup>H-NMR).

Dari hasil interpretasi spektra  $^1\text{H-NMR}$  dapat diketahui bahwa semua proton identik dengan proton pada 2-hidroksi- $N'$ -(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)benzohidrazida. Namun, terdapat kekurangan tiga proton pada spektra hasil identifikasi. Proton yang hilang adalah proton yang terikat pada atom O dan atom N. Tidak adanya serapan proton pada gugus  $-\text{OH}$  dan  $-\text{NH}$  ini disebabkan oleh adanya ikatan intermolekul yang terjadi antara proton dari  $-\text{OH}$  dan  $-\text{NH}$  dengan deuterium dari pelarut. Akibat dari adanya ikatan ini adalah tidak munculnya serapan proton dari  $-\text{OH}$  dan  $-\text{NH}$  pada spektra  $^1\text{H-NMR}$  (Pavia, 2009; Field, 2008).

Analisa data dilakukan dengan cara menghitung persentase hasil reaksi untuk selanjutnya dianalisis dengan SPSS menggunakan metode uji  $t$  dua sampel bebas. Dari tabel V.10 diketahui rata-rata persentase hasil sintesis dari  $N'$ -benziliden-2-hidroksibenzohidrazida sebesar 88%. Sedangkan rata-rata persentase hasil sintesis dari 2-hidroksi- $N'$ -(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)benzohidrazida sebesar 97%. Berdasarkan hasil uji  $t$  dua sampel bebas diketahui bahwa terdapat perbedaan nilai yang bermakna antara dua persentase hasil sintesis kedua senyawa tersebut, dengan persentase hasil 2-hidroksi- $N'$ -(4-hidroksi-3-metoksibenziliden)benzohidrazida lebih besar dibandingkan persentase hasil  $N'$ -benziliden-2-hidroksibenzohidrazida. Hal ini menunjukkan bahwa kedua gugus ( $p\text{-OH}$  dan  $m\text{-OCH}_3$ ) dapat meningkatkan kereaktifan.