

RINGKASAN

SINTESIS *N*'-BENZOIL-4-HIDROKSI-BENZO HIDRAZIDA DAN *N*'-(2,4-DIKLOROBENZOIL)-4-HIDROKSI-BENZO HIDRAZIDA MENGGUNAKAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

Zulfa Oktaviana Dwi Rahmania

4-Hidroksibenzohidrazida memiliki peran penting dalam aktivitas antimikroba. M. Somashekar *et al* pada tahun 2013 telah mensintesis senyawa 4-(morfolin-4-il)benzohidrazida yang memiliki aktivitas antimikroba. Terdapat kerangka hidrazin yang telah dilaporkan memiliki aktivitas antibakteri, antifungi, dan antituberkulosis. Tetapi sampai saat ini aktivitas antimikroba dari turunan 4-hidroksibenzohidrazida belum diketahui secara pasti.

Tujuan penelitian ini adalah mensintesis *N*'-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan *N*'-(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksi benzohidrazida dari reaksi antara 4-hidroksibenzohidrazida dan senyawa benzoil klorida dengan iradiasi gelombang mikro serta mengetahui kereaktifan senyawa benzoil klorida dengan adanya penambahan gugus 2,4-dikloro terhadap hasil reaksi. Sintesis *N*'-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan *N*'-(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida tidak dilakukan dengan pemanasan konvensional tetapi menggunakan iradiasi gelombang mikro dengan oven *microwave*. Sintesis dengan iradiasi gelombang mikro bila dibandingkan dengan metode konvensional dapat menghemat waktu reaksi dan hasil reaksi juga meningkat (Zhang *et al*, 2011)

Sintesis dilakukan dengan dua tahap, tahap pertama yaitu pembentukan 4-hidroksibenzohidrazida dan tahap kedua yaitu pembentukan *N*'-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida. Masing-masing tahap reaksi dilakukan optimasi untuk menentukan kondisi reaksi yang optimal dengan iradiasi gelombang mikro. Dari hasil optimasi didapatkan kondisi reaksi sintesis 4-hidroksibenzohidrazida menggunakan oven *microwave* adalah dengan 160 Watt selama 10 menit. Sedangkan kondisi reaksi sintesis *N*'-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida menggunakan oven *microwave* dengan 120 Watt selama 5 menit.

Uji kemurnian *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis menggunakan fase diam lempeng kromatografi silika gel F₂₅₄ dan tiga macam fase gerak, yaitu etil asetat : heksan : metanol (7:2.5:0.5), etil asetat : kloroform : metanol (1:1:1), dan kloroform : metanol (4:1), didapatkan satu noda dengan nilai R_f yang berbeda di setiap fase gerak. Uji kemurnian *N'*-(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksi benzohidrazida dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis menggunakan fase diam lempeng kromatografi silika gel F₂₅₄ dan tiga macam fase gerak, yaitu etil asetat : kloroform (5:2), kloroform : metanol (4:1), dan etil asetat : metanol (2:1) didapatkan satu noda dengan nilai R_f yang berbeda di setiap fase gerak.

Identifikasi struktur senyawa hasil reaksi ditentukan dengan analisis spektrofotometri ultraviolet, spektrofotometri inframerah dan spektrometri ¹H-RMI. Dari hasil identifikasi dengan spektrofotometri ultraviolet spektrum *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida yang memiliki panjang gelombang maksimum pada 254 nm. Ini tidak berbeda bermakna dari senyawa awal 4-hidroksibenzohidrazida yang memiliki serapan maksimum pada 252 nm. Sedangkan spektrum ultraviolet *N'*-(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida memiliki serapan maksimum pada 254,5 nm. Untuk spektrum inframerah terdapat perbedaan pita serapan antara *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan senyawa awal 4-hidroksibenzohidrazida. Perbedaan terletak pada spektrum 4-hidroksibenzohidrazida yang memiliki pita serapan pada daerah 3318 dan 3276 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus amina primer (-NH₂) yang tidak dimiliki oleh spektrum *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida. Perbedaan spektrum inframerah untuk *N'*-(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida terdapat pita serapan pada daerah 844 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus -Cl yang tidak dimiliki oleh spektrum *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida. Sementara pada analisis spektrometri ¹H-RMI, perbedaan spektrum senyawa *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dengan senyawa awal 4-hidroksibenzohidrazida adalah pada pergeseran 4,29 ppm yang menunjukkan keberadaan proton dari gugus -NH₂ dengan multiplisitas singlet yang tidak terdapat pada spektrum *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida. Untuk spektrum *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan *N'*-(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida memiliki perbedaan pada jumlah proton yaitu 12 proton pada *N'*-benzoil-4-hidroksibenzohidrazida dan 10

proton pada N' -(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida yang disebabkan oleh adanya gugus $-Cl$ yang mengurangi jumlah proton pada N' -(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida.

Dari hasil sintesis N' -benzoil-4-hidroksibenzohidrazida didapatkan persentase hasil sebesar 82%. Untuk sintesis N' -(2,4-diklorobenzoil)-4-hidroksibenzohidrazida dengan kondisi reaksi yang sama memberikan persentase hasil sebesar 75%. Persentase hasil tersebut berbeda karena adanya gugus kloro pada 2,4-diklorobenzoil klorida. Adanya gugus 2,4-dikloro pada benzoil klorida akan menyebabkan senyawa menjadi kurang reaktif. Penambahan gugus pada cincin aromatik dapat mempengaruhi kereaktifan senyawa. Gugus halogen merupakan gugus deaktivator karena kekuatannya menarik elektron lebih besar daripada efek resonansinya. Gugus penarik elektron akan menarik elektron pada cincin benzena dan menyebabkan cincin benzena menjadi kekurangan elektron dan lebih bermuatan positif (Mc Murry, 2008). Penelitian lebih lanjut masih perlu dilakukan untuk mengetahui aktifitas farmakologi senyawa yang telah disintesis.



ABSTRACT

SYNTHESIS OF *N'*-BENZOYL-4-HYDROXY-BENZOHYDRAZIDE AND *N'*-(2,4-DICHLOROBENZOYL)-4-HYDROXY-BENZOHYDRAZIDE WITH MICROWAVE IRRADIATION

Zulfa Oktaviana Dwi Rahmania

This study aims to synthesize *N'*-benzoyl-4-hydroxybenzohydrazide and *N'*-(2,4-dichlorobenzoyl)-4-hydroxybenzohydrazide by microwave irradiation. The other purpose of this study is to find out the reactivity of benzoyl chloride and 2,4-dichlorobenzoyl chloride. This synthesis consist of two steps reaction. The first step was reaction between methyl-4-hydroxybenzohydrazide and hydrazine hydrate using microwave irradiation to obtain 4-hydroxy benzohydrazide and the second step was reaction between 4-hydroxybenzohydrazide and benzoyl chloride compounds to obtain *N'*-benzoyl-4-hydroxybenzohydrazide (82%) and *N'*-(2,4-dichlorobenzoyl)-4-hydroxybenzohydrazide (74%) using microwave irradiation 120 Watt in 5 minutes. Analysis of the resulted product's structure was carried out using ultraviolet spectrophotometry, infrared spectroscopy, and ¹H-NMR spectroscopy.

Keywords : synthesis, microwave iradiaton, 4-hydroxybenzohydrazide, *N'*-benzoyl-4-hydroxybenzohydrazide, *N'*-(2,4-dichlorobenzoyl) - 4-hydroxybenzohydrazide