

**PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA
4-'NITROKHALKON DAN 2,4-'DIMETOKSI-4'-
NITROKHALKON DENGAN BANTUAN IRADIASI
GELOMBANG MIKRO**



ONG CONG SHIEN

2443014025

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA**

2018

**PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA
4'-NITROKHALKON DAN 2,4'-DIMETOKSI-4'-NITROKHALKON
DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata I
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

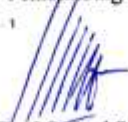
OLEH :

ONG CONG SHIEN

2443014025

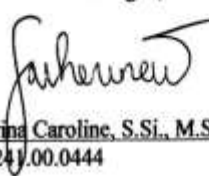
Telah disetujui pada tanggal 15 Maret 2018 dan dinyatakan **LULUS**

Pembimbing I,



Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi., Apt.
NIK. 241.02.0542

Pembimbing II,



Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt.
NIK. 241.00.0444

Mengetahui,
Ketua Penguji,



Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt.
NIK. 241.LB.0067

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA 4-NITROKHALKON DAN 2,4-DIMETOKSI-4'-NITROKHALKON DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta. Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 15 Maret 2018.



Ong Cong Shien
2443014025

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini 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 kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 15 Maret 2018



Ong Cong Shien
2443014025

ABSTRAK

PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA 4'-NITROKHALKON DAN 2,4-DIMETOKSI-4'-NITROKHALKON DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

ONG CONG SHIEN
2443014025

Khalkon (1,3-difenilprop-2-en-1-on) adalah senyawa prekursor dari flavonoid yang memiliki dua cincin aromatis yang dihubungkan oleh tiga karbon α,β -tidak jenuh. Khalkon dapat disintesis melalui kondensasi aldol silang (*Claisen-Schmidt*) yaitu mereaksikan aldehyd aromatik dengan aril keton dalam suasana basa. Dalam penelitian ini, dilakukan sintesis senyawa 4'-nitrokhalkon dan 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. 4'-nitrokhalkon disintesis dari asetofenon dan 4'-nitrobenzaldehyd sedangkan 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon disintesis dari 2,4-dimetoksiasetofenon dan 4'-nitrobenzaldehyd. Kemurnian senyawa hasil sintesis ditunjukkan dari data titik leleh dan kromatografi lapis tipis. Identifikasi struktur ditunjukkan dari data spektrum inframerah dan resonansi magnet inti proton. Dari hasil yang didapat, senyawa 4'-nitrokhalkon dan 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon dapat disintesis dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. Rendemen yang dihasilkan senyawa 4'-nitrokhalkon adalah 58,19%, sedangkan 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon adalah 19,07%. Pengaruh gugus metoksi (-OCH₃) pada asetofenon mempersulit reaksi pembentukan senyawa khalkon ditinjau dari rendemen hasil sintesis.

Kata kunci: *Claisen-Schmidt*, iradiasi gelombang mikro, 4'-nitrokhalkon, 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon, 2,4-dimetoksiastofenon.

ABSTRACT

COMPARISON OF SYNTHESIS BETWEEN 4'-NITROCHALCONE AND 2,4-DIMETHOXY-4'- NITROCHALCONE COMPOUNDS WITH MICROWAVE IRRADIATION ASSISTANCE

ONG CONG SHIEN
2443014025

Chalcone (1,3-diphenylprop-2-en-1-one) is a precursor compound of flavonoids that have two aromatic rings connected by three α , β -unsaturated carbons. Chalcone can be synthesized by the base-catalysed crossed aldol condensation (*Claisen-Schmidt*) that reacts aromatic aldehyde with aryl ketone. In this research, synthesis of 4-nitrochalcone and 2,4-dimethoxy-4'-nitrochalcone compounds with microwave irradiation assistance had been done. 4-nitrochalcone was synthesized from acetophenone and 4'-nitrobenzaldehyde, while 2,4-dimethoxy-4'-nitrochalcone was synthesized from 2,4-dimethoxyacetophenone and 4'-nitrobenzaldehyde. The purity of the synthesis compounds were shown from the data of melting point and thin layer chromatography. Identification of structure was shown from infrared spectral data and proton nuclear magnetic resonance. From the obtained results, 4-nitrochalcone and 2,4-dimethoxy-4'-nitrochalcone compounds can be synthesized by microwave irradiation assistance. The yield of 4'-nitrochalcone was 58.19%, while 2,4-dimethoxy-4'-nitrochalcone was 19.07%. The effect of methoxy groups (-OCH₃) on acetophenone ease the reaction of the formation of chalcone compounds in terms of yield of the synthesis product.

Keywords: *Claisen-Schmidt*, microwave irradiation, 4'-nitrochalcone, 2,4-dimethoxy-4'-nitrochalcone, 2,4-dimethoxyacetophenone.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karunia-Nya, skripsi yang berjudul **“Perbandingan Sintesis Antara Senyawa 4-nitrokhalkon dan 2,4-dimetoksi-4’-nitrokhalkon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro”** dapat disusun. Tujuan dari penyusunan skripsi ini adalah untuk memenuhi persyaratan dalam memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Penulis menyadari bahwa keberhasilan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bantuan orang-orang di sekitar penulis. Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Tuhan Yang Maha Esa, yang selalu menyertai dan memberkati dari awal hingga akhir pengerjaan naskah skripsi ini,
2. Kedua orang tua (Go King Ang dan alm.Ong Tiong Liong dan saudara (Sarwono Suswanto, Ong Cong Cien, dan Ong Cong Cung) yang senantiasa mendukung, memberi semangat serta memfasilitasi segala hal yang berkaitan dengan biaya selama penelitian,
3. Bapak pembimbing I (Prof. Dr. J. S. Ami Soewandi, Apt.) dan ibu pembimbing II (Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt.) yang senantiasa bersedia meluangkan waktu dan tenaga untuk membantu proses jalannya penelitian serta mengarahkan dan membimbing penyusunan skripsi,
4. Dosen penguji yang memberikan bimbingan serta membantu melengkapi materi penyusunan skripsi (Prof. Dr. Tutuk, M.S., Apt. dan Dr. Phil. Nat. Elisabeth Catherina Wijayakusuma, S.Si., M.Si.),

5. Penasehat akademik (Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt.) yang telah membantu persoalan-persoalan selama kuliah berlangsung, memberi saran dan masukan mengenai perkuliahan,
6. Bapak Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala,
7. Ibu Sumi Wijaya, S.Si., PhD., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala,
8. Ibu Dr. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua program studi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala,
9. Laboran yang membantu mempersiapkan alat praktikum (Pak Heri, Laboratorium Kimia Organik; Pak Dwi, Laboratorium Penelitian),
10. Teman-teman dari Sesquiterpen yang selalu menemani, memberi masukan, dan membantu proses pengerjaan skripsi khususnya Christina T, Desy L, Sharon C, Jefferson W, Teddy, dan Navy P,
11. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan, maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak agar naskah skripsi ini dapat disempurnakan. Semoga penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi kepentingan masyarakat

Surabaya, 26 Februari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Hipotesis Penelitian	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tinjauan Reaksi Sintesis.....	9
2.1.1 Kondensasi Aldol	9
2.1.2 Kondensasi Aldol Silang	9
2.1.3 Kondensasi <i>Claisen</i>	10
2.2 Tinjauan Pengaruh Gugus Metoksi pada Reaksi Kondensasi	11
2.3 Tinjauan Metode Sintesis Iradiasi Gelombang Mikro	12
2.3.1 Prinsip Kerja dan Iradiasi Gelombang Mikro.....	12
2.3.2 Keuntungan Sintesis dengan Iradiasi Gelombang Mikro	13
2.4 Tinjauan Metode Analisis Senyawa Hasil Sintesis	13
2.4.1 Kromatografi Lapis Tipis	13
2.4.2 Spektroskopi Inframerah	15

2.4.3 Spektroskopi Resonansi Magenet Inti	17
2.5 Tinjauan Senyawa Sintesis	18
2.5.1 Asetofenon.....	18
2.5.2 2,4-Dimetoksiasetofenon	19
2.5.3 4'-Nitrobenzaldehida	19
2.5.4 Khalkon	20
2.5.5 4'-Nitrokhalkon	21
2.5.6 2,4-Dimetoksi-4'-Nitrokhalkon	22

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian	23
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	23
3.2.1 Bahan Penelitian.....	23
3.2.2 Alat Penelitian	23
3.3 Metode Penelitian	24
3.4 Tahapan Penelitian.....	24
3.4.1 Penentuan Kondisi Reaksi Optimum 4'-nitrokhalkon.....	25
3.4.2 Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon	26
3.4.3 Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon.....	26
3.4.4 Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis.....	27
3.4.5 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....	28
3.5 Analisis Data.....	29

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Kondisi Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon	31
4.1.1 Kondisi Optimum Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	31
4.2 Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	33
4.2.1 Hasil Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon	33
4.2.2 Rendemen Sintesis 4'-nitrokhalkon	34
4.3 Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	35

4.3.1 Uji Kemurnian Senyawa dengan Kromatografi Lapis Tipis ...	35
4.3.2 Uji Kemurnian Senyawa dengan Penentuan Titik Leleh.....	36
4.4 Identifikasi Struktur Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	37
4.4.1 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi IR	37
4.4.2 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi RMI-H ¹	37
4.5 Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	41
4.5.1 Hasil Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	41
4.5.2 Rendemen Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon..	42
4.6 Uji Kemurnian Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon.....	43
4.6.1 Uji Kemurnian Senyawa dengan Kromatografi Lapis Tipis ...	43
4.6.2 Uji Kemurnian Senyawa dengan Penentuan Titik Leleh.....	45
4.7 Identifikasi Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon.....	46
4.7.1 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi IR	46
4.7.2 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi RMI-H ¹	48

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....	52
5.2 Saran	52

DAFTAR PUSTAKA	53
-----------------------------	----

LAMPIRAN	57
-----------------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Karakteristik Absorpsi Inframerah beberapa Gugus Fungsi	16
4.1 Data Hasil Optimasi Kondisi Reaksi Senyawa 4'-nitrokhalkon	32
4.2 Rendemen Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	34
4.3 Data nilai Rf Senyawa 4'-nitrokhalkon	36
4.4 Data Titik Leleh Hasil Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon	37
4.5 Interpretasi Data Spektrum IR Senyawa 4'-nitrokhalkon	38
4.6 Interpretasi Data Spektrum RMI-H ¹ Senyawa 4'-nitrokhalkon	39
4.7 Rendemen Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	42
4.8 Data nilai Rf senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	45
4.9 Data Titik Leleh Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	46
4.10 Interpretasi Data Spektrum IR 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	47
4.11 Interpretasi Data Spektrum RMI-H ¹ 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Struktur dasar khalkon	2
1.2 Struktur dasar flavonoid.....	2
1.3 Mekanisme reaksi tautomeri keto-enol.....	3
2.1 Mekanisme reaksi kondensasi aldol.....	10
2.2 Struktur asetofenon	19
2.3 Struktur 2,4-dimetoksiasetofenon	19
2.4 Struktur 4'-nitrobenzaldehida	19
2.5 Struktur dasar khalkon	20
2.6 Mekanisme reaksi senyawa 4'-nitrokhalkon.....	21
2.7 Mekanisme reaksi senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	22
4.1 Uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa 4'-nitrokhalkon	32
4.2 Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	33
4.3 Uji KLT senyawa hasil sintesis.....	35
4.4 Spektrum IR senyawa 4'-nitrokhalkon	38
4.5 Spektrum RMI-H ¹ senyawa 4'-nitrokhalkon	39
4.6 Struktur senyawa 4'-nitrokhalkon.....	40
4.7 Mekanisme reaksi senyawa 4'-nitrokhalkon.....	41
4.8 Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon.....	42
4.9 Uji KLT senyawa hasil setelah berbagai perlakuan	43
4.10 Uji KLT senyawa hasil sintesis.....	44
4.11 Spektrum IR senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	47
4.12 Spektrum RMI-H ¹ senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	48
4.13 Struktur senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	50
4.14 Mekanisme reaksi senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	51

L.1 Skema kerja optimasi senyawa 4'-nitrokhalkon.....	57
L.2 Skema kerja sintesis senyawa 4'-nitrokhalkon.....	58
L.3 Skema kerja sintesis senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	59

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1 Skema Kerja Optimasi Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	57
2 Skema Kerja Sintesis Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	58
3 Skema Kerja Sintesis Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon.....	59
4 Perhitungan Rendemen Senyawa 4'-nitrokhalkon.....	60
5 Perhitungan Rendemen Senyawa 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon	61
6 Spektrum IR 4'-nitrokhalkon.....	62
7 Spektrum IR 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon.....	64
8 Spektrum RMI-H ¹ 4'-nitrokhalkon (PERBESARAN 1)	66
9 Spektrum RMI-H ¹ 4'-nitrokhalkon (PERBESARAN 2)	67
10 Spektrum RMI-H ¹ 4'-nitrokhalkon (PERBESARAN 3)	68
11 Spektrum RMI-H ¹ 4'-nitrokhalkon (MNOVA)	69
12 Spektrum RMI-H ¹ 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon (PERBESAR 1)....	70
13 Spektrum RMI-H ¹ 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon (PERBESAR 2)....	71
14 Spektrum RMI-H ¹ 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon (PERBESAR 3)....	72
15 Spektrum RMI-H ¹ 2,4-dimetoksi-4'-nitrokhalkon (MNOVA)	73
16 Spektrum IR asetofenon.....	74
17 Spektrum IR 2,4dimetoksiasetofenon.....	75