

PERBANDINGAN SINTESIS N'-BENZILIDEN-2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA DAN N'-(4-METILBENZILIDEN)-2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA DARI ASAM SALISILAT



CITRA ANGGONO

2443004024

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2010

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Perbandingan Sintesis N^o-benziliden-2-metoksibenzohidrazida dan N^o-(4-metilbenziliden)-2-metoksibenzohidrazida dari Asam Salisilat** 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, 03 Agustus 2010



Citra Anggono

2443004024



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, 03 Agustus 2010



Citra Anggono

2443004024



**PERBANDINGAN SINTESIS N'-BENZILIDEN-2-METOKSIBENZOHI
DRAZIDA DAN N'-(4-METILBENZILIDEN)-2-METOKSIBENZOHI
DRAZIDA DARI ASAM SALISILAT**

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
memperoleh gelar Sarjana Farmasi
di Fakultas Farmasi Unika Widya Mandala Surabaya

OLEH:
CITRA ANGGONO
2443004024

Telah disetujui pada tanggal 3 Agustus 2010 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,

Pembimbing II,



(Prof. Dr. Tutuk Budiati, M.S., Apt.) (Dr. phil. nat. Elisabeth C.W., M.Si.)

NIK.241.LB.0067

NIK.241.97.0301

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA
SURABAYA

ABSTRAK

PERBANDINGAN SINTESIS N'-BENZILIDEN-2-METOKSI-BENZOHIDRAZIDA DAN N'-(4-METILBENZILIDEN)-2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA DARI ASAM SALISILAT

Citra Anggono
2443004024

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa turunan hidrazida dari asam salisilat serta mengetahui pengaruh penambahan gugus metil(*p*) pada persentase hasilnya. Untuk mengetahuinya, maka dibandingkan persentase hasil sintesis N'-benziliden-2-metoksibenzohidrazida dan N'-(4-metilbenziliden)-2-metoksibenzohidrazida. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis ditentukan dengan uji titik leleh dan kromatografi lapis tipis, sedangkan identifikasi strukturnya ditentukan dengan spektrofotometri ultraviolet, spektrofotometri inframerah, dan spektrometri resonansi magnetik inti (RMI-¹H). Didapatkan rata-rata persentase hasil sintesis N'-benziliden-2-metoksibenzohidrazida sebesar 74% dengan bentuk kristal voluminus berwarna putih (TL = 243 – 245°C). Namun untuk sintesis senyawa N'-(4-metilbenziliden)-2-metoksibenzohidrazida tidak terbentuk. Hal tersebut karena 2-metoksibenzohidrazida yang digunakan belum bebas hidrazin. Sehingga senyawa yang dihasilkan adalah 1,2-di(4-metilbenziliden)hidrazin, maka diperlukan pemurnian lebih lanjut dengan penambahan HCl dan destilasi terhadap 2-metoksibenzohidrazida hasil sintesis.

Kata kunci: 4-metilbenzaldehida, asam salisilat, hidrazida.

ABSTRACT

COMPARISON OF SYNTHESIS N'-BENZYLIDENE-2-METHOXY-BENZOHYDRAZIDE AND N'-(4-METHYLBENZYLIDENE)-2-METHOXYBENZOHYDRAZIDE FROM SALICYLIC ACID

Citra Anggono
2443004024

The purposes of this research were to synthesize hydrazide derivatives of salicylic acid also to find out the influence of methyl (*p*) addition to the result percentage. To find out, comparing the result percentage of N'-benzylidene-2-methoxybenzohydrazide and N'-(4-methylbenzylidene)-2-methoxybenzohydrazide. The purity analysis of the synthesis result were determined by melting point assay and thin layer chromatography, while the structure identification determined by ultraviolet spectrophotometer, infrared spectrophotometer, and RMI-¹H spectrometry. The average of N'-benzylidene-2-methoxybenzohydrazide percentage result were 74% with white crystalline (m.p.= 243 - 245°C). However the synthesis of N'-(4-methylbenzylidene)-2-methoxybenzohydrazide was not formed. Because of the 2-methoxybenzohydrazide used not free hydrazine. Therefore needs further purification with addition of chloride acid and distilled to 2-methoxybenzohydrazide synthesis results.

Keywords: 4-methylbenzaldehyde, salicylic acid, hydrazide.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Kuasa karena atas rahmat, kasih, dan karuniaNya maka skripsi ini dapat terselesaikan. Skripsi dengan judul **Perbandingan Sintesis N^o-benziliden-2-metoksibenzohidrazida dan N^o-(4-metilbenziliden)-2-metoksibenzohidrazida dari Asam Salisilat** ini disusun dan diajukan untuk memenuhi salah satu persyaratan guna memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Terselesaikannya skripsi ini tentu tak lepas juga dari peran serta berbagai pihak, baik secara moral, material, maupun spiritual. Oleh karena itu, dengan tulus dan rendah hati saya menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

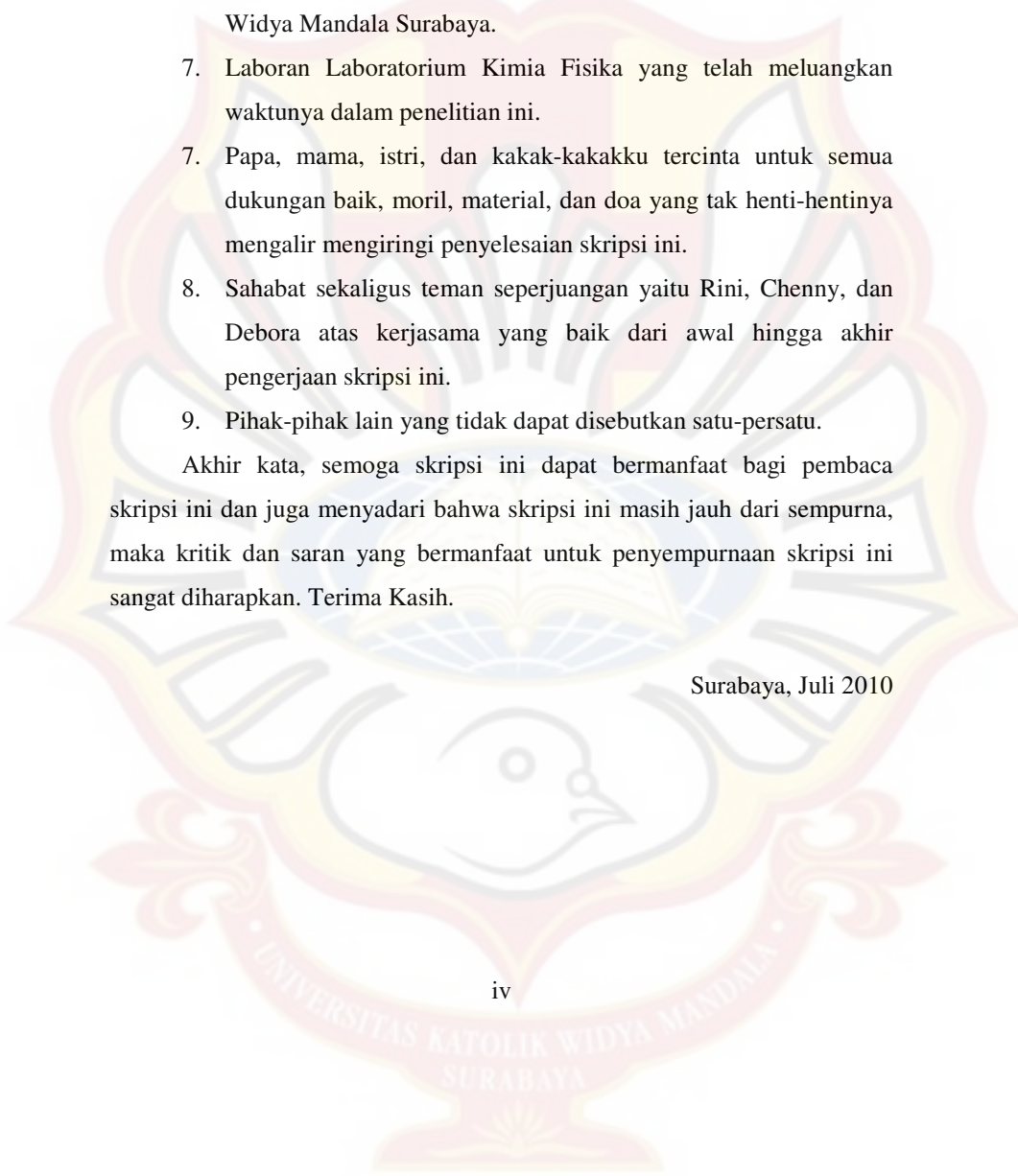
1. Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt. selaku Dosen Pembimbing I yang telah membimbing dengan penuh kesabaran dan pengertian serta senantiasa memberikan arahan, tuntunan, dan perbaikan dari awal hingga akhir pengerjaan skripsi ini.
2. Dr. phil. nat. Elisabeth Catherina Widjajakusuma, M.Si. selaku Dosen Pembimbing II yang banyak memberikan saran dan perbaikan dari awal hingga akhir pengerjaan skripsi ini, khususnya dalam penulisan naskah.
3. Prof. Dr. Bambang Soekardjo, SU., Apt. dan Caroline, S.Si, M.Si., Apt. selaku penguji yang telah berkenan memberikan masukan, kritik, dan saran yang berguna dalam penyempurnaan skripsi ini.
4. Senny Y. Esar, S.Si, M.Si., Apt. selaku Penasehat Akademik yang di sela-sela kesibukannya selalu meluangkan waktu untuk

memberikan nasehat dan motivasi selama menempuh studi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

5. Martha Ervina, S.Si, M.Si., Apt. selaku Dekan dan Caroline, S.Si., M.Si., Apt. selaku Sekretaris Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala yang telah memberikan fasilitas dan bantuan dalam penyusunan naskah skripsi ini.
6. Prof. Dr. J. S. Ami Soewandi selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
7. Laboran Laboratorium Kimia Fisika yang telah meluangkan waktunya dalam penelitian ini.
7. Papa, mama, istri, dan kakak-kakakku tercinta untuk semua dukungan baik, moril, material, dan doa yang tak henti-hentinya mengalir mengiringi penyelesaian skripsi ini.
8. Sahabat sekaligus teman seperjuangan yaitu Rini, Chenny, dan Debora atas kerjasama yang baik dari awal hingga akhir pengerjaan skripsi ini.
9. Pihak-pihak lain yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca skripsi ini dan juga menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, maka kritik dan saran yang bermanfaat untuk penyempurnaan skripsi ini sangat diharapkan. Terima Kasih.

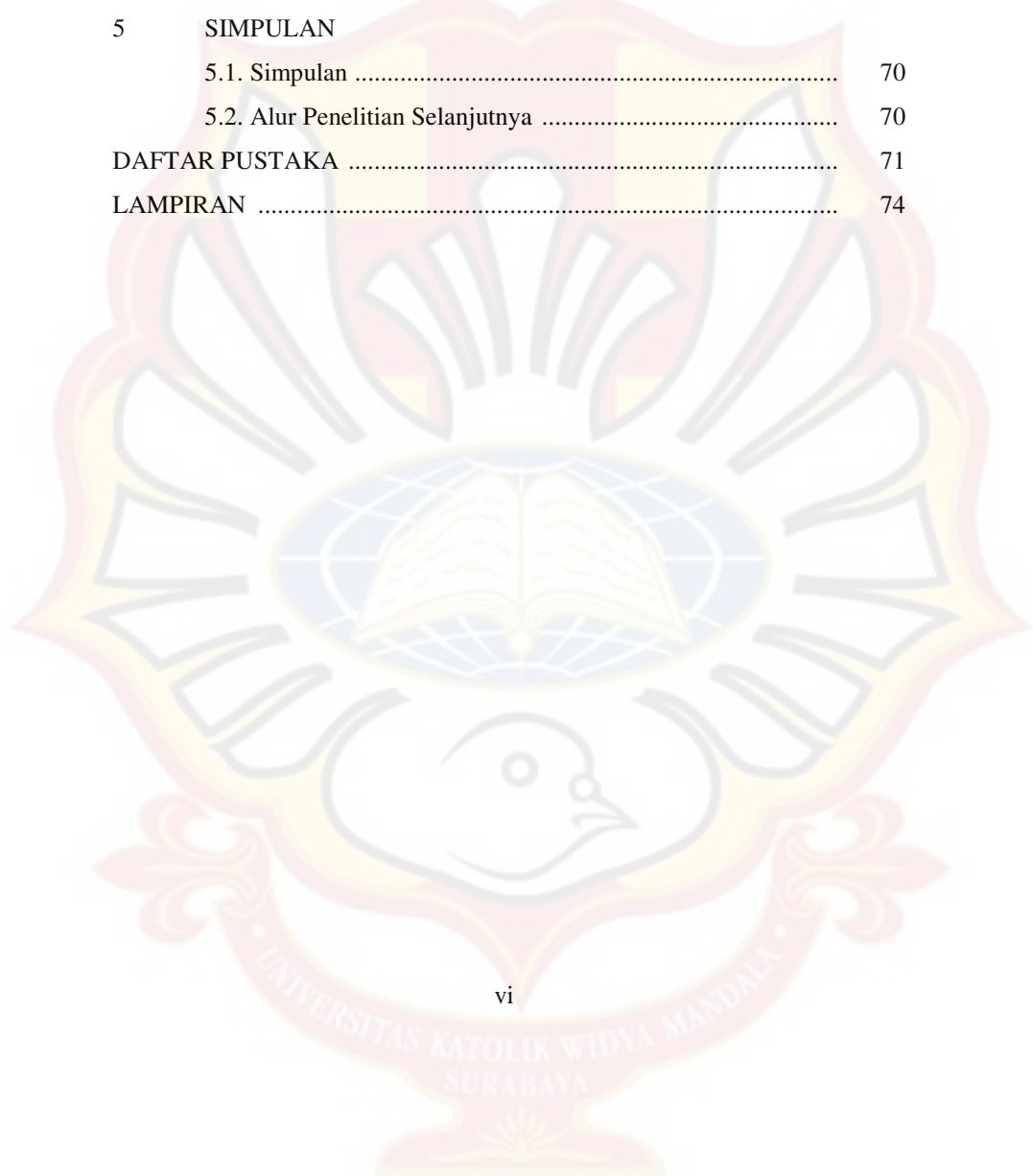
Surabaya, Juli 2010



DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB	
1 PENDAHULUAN	1
2 TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1. Tinjauan tentang Reaksi	8
2.2. Tinjauan tentang Sintesis Turunan Hidrazida.....	13
2.3. Tinjauan tentang Analgesik N-arilhidrazon.....	14
2.4. Tinjauan tentang Bahan	15
2.5. Tinjauan tentang Tahapan Metode Sintesis Turunan Benzohidrazida	19
2.6. Tinjauan tentang Uji Kemurnian Hasil Senyawa Sintesis	20
3 METODE PENELITIAN	27
3.1. Bahan dan Alat Penelitian	27
3.2. Rancangan Penelitian	28
3.3. Metode Penelitian	28
3.4. Rekristalisasi Hasil Sintesis	30
3.5. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	30
3.6. Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	31
3.7. Skema Kerja	33

	Halaman
4	ANALISIS DATA DAN INTERPRETASI DATA
	4.1. Sintesis Senyawa Dimetil Salisilat 36
	4.2. Sintesis Senyawa 2-metoksibenzohidrazida 44
	4.3. Sintesis Senyawa N ^o -benziliden-2-metoksibenzo hidrazida 51
	4.4. Sintesis Senyawa N ^o -(4-metilbenziliden)-2-metoksibenzohidrazida 60
5	SIMPULAN
	5.1. Simpulan 70
	5.2. Alur Penelitian Selanjutnya 70
	DAFTAR PUSTAKA 71
	LAMPIRAN 74



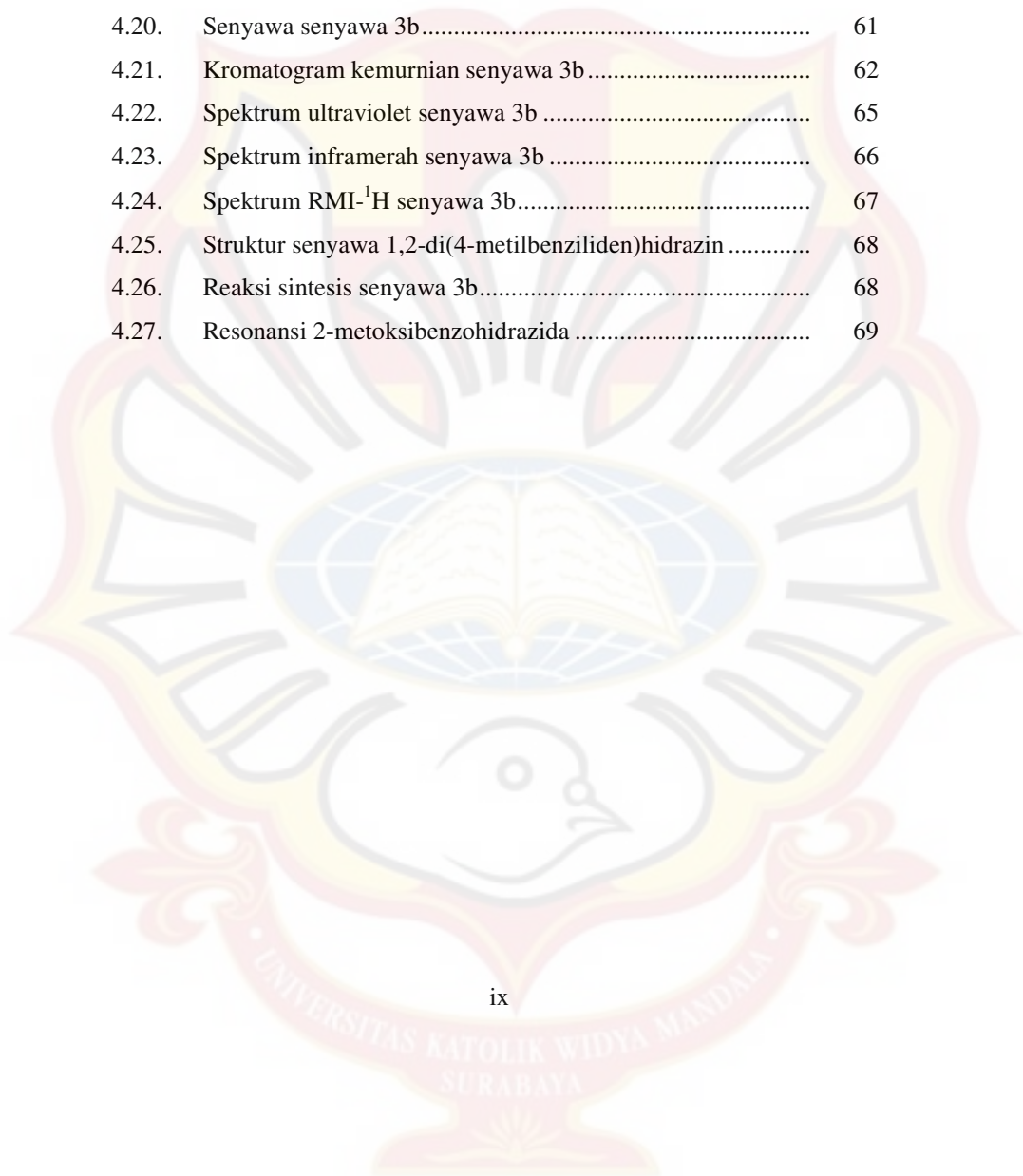
DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1. Harga Rf Senyawa 1	37
4.2. Persentase Hasil Sintesis Senyawa 1	39
4.3. Serapan Inframerah Senyawa 1	41
4.4. Serapan RMI- ¹ H Senyawa 1	42
4.5. Harga Rf Senyawa 2	45
4.6. Persentase Hasil Sintesis Senyawa 2	46
4.7. Serapan Inframerah Senyawa 2	48
4.8. Serapan RMI- ¹ H Senyawa 2	50
4.9. Harga Rf Senyawa 3a	52
4.10. Persentase Hasil Sintesis Senyawa 3a	55
4.11. Serapan Inframerah Senyawa 3a	57
4.12. Serapan RMI- ¹ H Senyawa 3a	59
4.13. Harga Rf Senyawa 3b	61
4.14. Persentase Hasil Sintesis Senyawa 3b	64
4.15. Serapan Inframerah Senyawa 3b	66
4.16. Serapan RMI- ¹ H Senyawa 3b	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1. Struktur turunan N'-arilhidrazon	2
1.2. Struktur Senyawa N'-(4-metilbenziliden)-2-metoksibenzohidrazida.....	3
2.1. Mekanisme reaksi substitusi nukleofilik pada gugus asil	8
2.2. Mekanisme reaksi adisi nukleofilik	12
2.3. Struktur senyawa analgesik turunan N'-arilhidrazon	15
2.4. Rumus struktur asam salisilat	15
2.5. Rumus struktur dimetil salisilat.....	16
2.6. Rumus struktur dimetil sulfat	17
2.7. Rumus struktur hidrazin hidrat	17
2.8. Rumus struktur benzaldehida	18
2.9. Rumus struktur 4-metilbenzaldehida	18
4.1. Senyawa 1	36
4.2. Kromatogram kemurnian senyawa 1	38
4.3. Spektrum ultraviolet dimetil salisilat dalam pelarut kloroform .	40
4.4. Spektrum ultraviolet asam salisilat.....	40
4.5. Spektrum inframerah senyawa 1	41
4.6. Spektrum RMI- ¹ H senyawa 1 dalam pelarut CDCl ₃	42
4.7. Mekanisme reaksi pembentukan senyawa dimetil salisilat .	43
4.8. Senyawa 2	44
4.9. Kromatogram kemurnian senyawa 2	45
4.10. Spektrum ultraviolet senyawa 2	47
4.11. Spektrum inframerah senyawa 2	49
4.12. Spektrum RMI- ¹ H senyawa 2.....	50
4.13. Mekanisme reaksi pembentukan 2-metoksibenzohidrazida	51
4.14. Senyawa 3a.....	52

Gambar	Halaman
4.15. Kromatogram kemurnian senyawa 3a	53
4.16. Spektrum ultraviolet senyawa 3a.....	56
4.17. Spektrum inframerah senyawa 3a.....	58
4.18. Spektrum RMI- ¹ H senyawa 3a.....	59
4.19. Mekanisme reaksi pembentukan senyawa N'-benziliden-2-metoksibenzohidrazida.....	60
4.20. Senyawa senyawa 3b.....	61
4.21. Kromatogram kemurnian senyawa 3b.....	62
4.22. Spektrum ultraviolet senyawa 3b	65
4.23. Spektrum inframerah senyawa 3b	66
4.24. Spektrum RMI- ¹ H senyawa 3b.....	67
4.25. Struktur senyawa 1,2-di(4-metilbenziliden)hidrazin	68
4.26. Reaksi sintesis senyawa 3b.....	68
4.27. Resonansi 2-metoksibenzohidrazida	69



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
A	ESTIMASI SPEKTRUM RMI-1H DIMETIL SALISILAT	74
B	ESTIMASI SPEKTRUM RMI-1H 2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA	75
C	ESTIMASI SPEKTRUM RMI-1H N'-BENZILIDEN-2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA	76
D	ESTIMASI SPEKTRUM RMI-1H N'-(4-METILBENZILIDEN)-2-METOKSIBENZOHIDRAZIDA ...	77
E	CONTOH PERHITUNGAN PERSENTASE HASIL SINTESIS DIMETIL SALISILAT	78
F	UJI DENGAN FeCl_3 SENYAWA HASIL SINTESIS	80
G	KESEMPURNAAN HASIL SINTESIS N'-BENZILIDEN-2-METOKSI BENZOHIDRAZIDA	81
H	CONTOH PERHITUNGAN KONVERSI INDEKS BIAS.....	82