

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



NAVYANTI FIRDA PUTRI

2443014273

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA
2017**

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

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

OLEH:

NAVYANTI FIRDA PUTRI

2443014273

Telah disetujui pada tanggal 14 Desember 2017 dan dinyatakan **LULUS**

Pembimbing I,



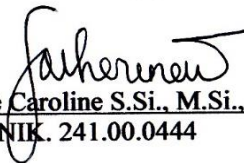
Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi, Apt
NIK. 241.03.0452

Pembimbing II,



Prof. Dr. Tutuk Budiati, M.S., Apt
NIK. 241.LB.0067

Mengetahui,
Ketua Penguji



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

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Perbandingan Sintesis antara Senyawa 2'-nitrokhalkon dan 2,4-dimetoksi-2'-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, 14 Desember 2017



Navyanti Firda Putri
2443014273

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, 14 Desember 2017



Navyanti Firda Putri
2443014273

ABSTRAK

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

Navyanti Firda Putri
244014273

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan gugus metoksi pada persentase hasil reaksi serta untuk mensintesis senyawa turunan khalkon dari turunan asetofenon dan 2-nitrobenzaldehyd. Uji kemurnian senyawa hasil sintesis ditentukan dengan uji titik leleh dan kromatografi lapis tipis, sedangkan identifikasi strukturnya ditentukan dengan spektrofotometri inframerah dan spektrofotometri resonansi magnetik inti (H^1 -NMR). Pada sintesis senyawa terbentuk 3-hidroksi-3-(2-nitrofenil)-1-fenilpropan-1-on dan 3-hidroksi-1-(2,4-dimetoksifenil)propan-1-on. Hal tersebut karena konsentrasi NaOH yang kurang. Dari hasil sintesis tersebut, didapatkan rata-rata persentase hasil sintesis 3-hidroksi-3-(2-nitrofenil)-1-fenilpropan-1-on dengan metode konvensional dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro sebesar 60,45% dan 32,36%. Persentase hasil sintesis untuk senyawa 3-hidroksi-1-(2,4-dimetoksifenil)-3-(2-nitrofenil)propan-1-on dengan metode konvensional dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro sebesar 11,51% dan 5,57%. Adanya pengaruh gugus metoksi dapat menurunkan kereaktifan asetofenon.

Kata kunci : Khalkon, konvensional, iradiasi gelombang mikro, 2,4-dimetoksiasetofenon, 2-nitrobenzaldehyd

ABSTRACT

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

Navyanti Firda Putri
244014273

The purposes of this research were to find out the influence of a methoxy group to the result percentage reaction and synthesize derivatives of chalcone from derivatives of acetophenone and 2-nitrobenzaldehyde. The purity analysis of the synthesized result was determined by melting point assay and thin layer chromatography, while the identification of the structure was determined by spectrophotometry, infrared spectrophotometry and nuclear magnetic resonance (H^1 -NMR). In the synthesis of compounds formed 3-hydroxy-3-(2-nitrophenyl)-1-phenylpropan-1-one and 3-hydroxy-1-(2,4-dimethoxyphenyl)-3-(2-nitrophenyl)propan-1-one. This is because the concentration of NaOH is lacking. Results of the synthesis, obtained an average percentage yield synthesis of 3-hydroxy-3-(2-nitrophenyl)-1-phenylpropan-1-one with the conventional method and with the aid of microwave irradiation amounted to 60.45% and 32.36%. The percentage results of the synthesis for compounds 3-hydroxy-1-(2,4-dimethoxyphenyl)-3-(2-nitrophenyl)propan-1-one with the conventional method and with the aid of microwave irradiation amounted to 11.51% and 5.57%. The influence of methoxy groups can decrease the reactivity of acetophenone.

Keywords: Chalcone, conventional, microwave irradiation, 2,4-dimethoxyacetophenone, 2-nitrobenzaldehyde

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karunianya, sehingga skripsi dengan judul Perbandingan Sintesis antara Senyawa 2'-Nitrokhalkon dan 2,4-Dimetoksi-2'-Nitrokhalkon dengan Metode Iradiasi Gelombang Mikro dapat terselesaikan. Penyusunan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama proses pembuatan naskah skripsi ini, kepada :

1. Allah Yang Maha Esa yang karena anugerahNya dapat terselesaikan naskah skripsi ini.
2. Prof. Dr. J.S Ami Soewandi., Apt selaku pembimbing I dan Prof. Dr. Tutuk Budiati, M.S., Apt selaku pembimbing II yang telah mengajarkan banyak hal, telah mendukung, memberikan dorongan, memberikan saran dan masukan serta nasehat, dan senantiasa meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan kesabaran dalam membimbing saya dari awal hingga akhir penyusunan naskah skripsi ini.
3. Tim penguji, Caterine Charoline, S.Si., M.Si., Apt dan Dr. Phil. Nat. E. Chaterina W. S.Si., M.Si yang telah memberikan banyak masukan dan saran demi perbaikan penyusunan naskah skripsi ini dari awal hingga akhir.
4. Drs. Kuncoro Foe, Ph.D., Apt selaku Rektor, dan Sumi Wijaya. S,Si., Ph.D., Apt selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan fasilitas dan bantuan dalam penyusunan naskah skripsi ini.

5. Dra. Hj. Emi Sukarti, M.Si., Apt selaku Penasehat Akademik yang selalu memberikan dorongan, nasehat dan semangat kepada penulis selama menuntut ilmu di jenjang Strata-1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
6. Seluruh staf laboratorium, khususnya Pak Heri selaku staf laboran di Laboratorium Kimia Organik, Mas Dwi selaku staf laboran di Laboratorium Penelitian dan Mbak Evi selaku staf laboran di Laboratorium Kimia Analisis Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, yang telah membantu pelaksanaan skripsi ini.
7. Bapak Sudarmadi dan Ibu Susi Wijayanti selaku orang tua yang selalu mendukung secara moril dan doa, menyemangati serta memberikan nasehat berharga kepada penulis.
8. Azka Hariri yang selalu mendukung, menyemangati serta memberikan masukan yang membantu dalam pembuatan skripsi.
9. Teman-teman satu tim kelompok “Sintesis khalkon” (Christina, Desy, Jefferson, Tio, Cong, Teddy) yang selalu menemani, menyemangati, memberikan masukan dan membantu dalam proses pembuatan skripsi.
10. Teman-teman seperjuangan (Fenny, Rizki, Feby, Tantin, Yuta, Hanny, Ajeng) yang selalu saling menyemangati agar terus berusaha, memberikan dorongan dan nasehat satu sama lain
11. Teman-teman angkatan 2014 dan semua pihak yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung yang tidak dapat disebutkan satu per satu, dalam penyusunan skripsi ini.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari kekurangan dalam penulisan naskah Skripsi ini. Akhir kata penulis sangat mengharapkan kritik dan saran agar naskah Skripsi ini dapat lebih disempurnakan.

Surabaya, 27 November 2017

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT.....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Hipotesa Penelitian.....	7
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis.....	8
2.1.1 Tinjauan tentang Adisi Nukleofilik pada Gugus Karbonil.....	8
2.1.2 Mekanisme Reaksi Sintesis.....	9
2.1.3 Pengaruh Gugus Metoksi pada Senyawa 2,4-dimetoksiasetofenon.....	10
2.2 Tinjauan tentang Metode Sintesis Senyawa Turunan Khalkon.....	11
2.2.1 Sintesis dengan Metode Konvensional.....	12
2.2.2 Sintesis dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	12
2.3 Tinjauan Sintesis dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	13
2.3.1 Prinsip Kerja dan Mekanisme Iradiasi Gelombang Mikro.....	13

2.3.2 Keuntungan Sintesis dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	14
2.4 Rekristalisasi	14
2.5 Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	16
2.5.1 Pengujian Titik Leleh	16
2.5.2 Pengujian dengan Kromatografi Lapis Tipis	17
2.6 Tinjauan Umum Khalkon.....	18
2.6.1 Tata Nama Senyawa Khalkon	18
2.7 Aktivitas Biologis Senyawa Khalkon.....	20
2.7.1 Khalkon sebagai Antibakteri	19
2.7.2 Khalkon sebagai Antimalaria	20
2.7.3 Khalkon sebagai Antituberkulosis	20
2.7.4 Khalkon sebagai Antidiabetes	21
2.7.5 Senyawa 2,4-dimetoksi-2'-nitrokhalkon sebagai Antikanker ...	21
2.8 Tinjauan Bahan.....	22
2.8.1 Asetofenon.....	22
2.8.2 2,4-dimetoksiasetofenon.....	23
2.8.3 2-nitrobenzalhid	23
2.9 Tinjauan tentang Reaksi Pembentukan Khalkon.....	24
2.9.1 Reaksi Kondensasi Aldol	24
2.9.2 Reaksi Kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i>	27
2.9.3 Reaksi Kopleng Suzuki	28
2.9.4 Reaksi Wittig	29
2.9.5 Tata Ulang Fries.....	29
2.10 Tinjauan tentang Uji Identifikasi Struktur	30
2.10.1 Uji Spektrofotometri Inframerah.....	30

	Halaman
2.10.2 Uji Spektrofotometri Resonansi Magnetik Inti.....	32
BAB III. METODE PENELITIAN.....	35
3.1 Jenis Penelitian.....	35
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	35
3.2.1 Bahan Penelitian.....	35
3.2.2 Alat Penelitian.....	35
3.3 Metode Penelitian.....	36
3.4 Tahapan Penelitian.....	36
3.4.1 Penentuan Kondisi Reaksi Optimum Sintesis Senyawa I dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	37
3.4.2 Sintesis Senyawa I dengan Metode Konvensional.....	37
3.4.3 Sintesis Senyawa I dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	38
3.4.4 Sintesis Senyawa II dengan Metode Konvensional.....	39
3.4.5 Sintesis senyawa II dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	39
3.4.6 Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis.....	40
3.4.7 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis.....	41
3.5 Analisa data.....	42
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	43
4.1 Penentuan Kondisi Sintesis Senyawa I.....	43
4.2 Sintesis Senyawa I Metode Konvensional.....	44
4.2.1 Hasil Sintesis Senyawa I Metode Konvensional.....	44
4.2.2 Persentase Hasil Sintesis Senyawa.....	45
4.3 Sintesis Senyawa I dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	45
4.3.1 Hasil Sintesis Senyawa I dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro.....	46

	Halaman
4.3.2 Persentase Hasil Sintesis Senyawa.....	46
4.4 Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	47
4.4.1 Hasil Uji Kemurnian Senyawa I	47
4.5 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	49
4.5.1 Identifikasi Struktur Spektrofotometri Inframerah Senyawa I . 49	
4.5.2 Identifikasi Struktur Spektrofotometri H ¹ -NMR Senyawa I	51
4.6 Sintesis Senyawa II Metode Konvensional.....	53
4.6.1 Hasil Sintesis Senyawa II dengan Metode Konvensional	53
4.6.2 Persentase Hasil Sintesis Senyawa II	54
4.7 Sintesis Senyawa II dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	55
4.7.1 Hasil Sintesis Senyawa II dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	55
4.7.2 Persentase Hasil Sintesis Senyawa.....	55
4.8 Identifikasi Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	56
4.8.1 Hasil Uji Kemurnian Senyawa II	56
4.9 Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	58
4.9.1 Identifikasi Struktur Spektrofotometri Inframerah Senyawa II	58
4.9.2 Identifikasi Struktur Spektrofotometri H ¹ -NMR Senyawa II ...	61
4.10 Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Pembentukan Senyawa I dan Senyawa II	63
4.11 Pengaruh Gugus Metoksi terhadap Sintesis Senyawa II.....	65
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	67
5.1 Kesimpulan.....	67
5.2 Saran	67
DAFTAR PUSTAKA.....	68
DAFTAR LAMPIRAN	72

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Karakteristik absorpsi inframerah pada beberapa gugus fungsi.....	32
4.1 Hasil penentuan kondisi optimum berdasarkan persentase rendemen.....	44
4.2 Data persentase hasil sintesis senyawa I metode konvensional	45
4.3 Data persentase hasil sintesis senyawa I dengan bantuan iradiasi gelombang mikro.....	46
4.4 Harga Rf senyawa I	48
4.5 Data hasil uji titik leleh senyawa I	49
4.6 Serapan inframerah senyawa I	51
4.7 Serapan H ¹ -NMR senyawa I.....	52
4.8 Data persentase hasil sintesis senyawa II metode konvensional	54
4.9 Data persentase hasil sintesis senyawa II bantuan iradiasi gelombang mikro.....	56
4.10 Harga Rf senyawa II	57
4.11 Data hasil uji titik leleh senyawa II	58
4.12 Serapan inframerah senyawa II	60
4.13 Serapan H ¹ -NMR senyawa II.....	61
4.14 Persentase rendemen sintesis senyawa I dan Senyawa II	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Senyawa turunan khalkon yang akan disintesis	3
1.2 Mekanisme reaksi kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i> pembentukan khalkon.....	4
2.1 Adisi nukleofilik pada gugus karbonil.....	9
2.2 Mekanisme reaksi pembentukan khalkon	10
2.3 Pengaruh gugus metoksi pada asetofenon	11
2.4 Struktur umum senyawa khalkon	18
2.5 Penomoran senyawa khalkon	19
2.6 Struktur aktivitas biologis senyawa khalkon sebagai antibakteri	19
2.7 Struktur aktivitas biologis senyawa khalkon sebagai antimalaria.....	20
2.8 Struktur aktivitas biologis senyawa khalkon sebagai antituberkulosis	20
2.9 Struktur aktivitas biologis senyawa khalkon sebagai antidiabetes.....	21
2.10 Struktur aktivitas biologis senyawa khalkon sebagai antikanker	22
2.11 Rumus struktur asetofenon.....	23
2.12 Rumus struktur 2,4-dimetoksiasetofenon	23
2.13 Rumus struktur 2-nitrobenzalhid	24
2.14 Mekanisme reaksi pembentukan khalkon dengan katalis basa	25
2.15 Mekanisme reaksi pembentukan khalkon dengan katalis asam.....	26
2.16 Tautomerisme keto-enol	27
2.17 Sintesis khalkon dengan reaksi <i>Suzuki</i>	28
2.18 Sintesis khalkon dengan reaksi <i>Wittig</i>	29
2.19 Sintesis khalkon dengan tata ulang <i>Fries</i>	29
4.1 Hasil uji KLT untuk penentuan kondisi sintesis senyawa I.....	44

Gambar	Halaman
4.2 Kristal senyawa I metode konvensional	45
4.3 Kristal senyawa I dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	46
4.4 Kromatogram kemurnian senyawa I.....	47
4.5 <i>Overlay</i> Spektra senyawa I metode konvensional dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	49
4.6 Spektrum serapan inframerah senyawa I dengan metode pelet KBr..	50
4.7 Spektrum H ¹ -NMR senyawa I.....	51
4.8 Rancangan struktur 3-hidroksi-3-(2-nitrofenil)-1-fenilpropan-1-on ..	53
4.9 Kristal senyawa II metode konvensional	54
4.10 Kristal senyawa II dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	55
4.11 Kromatogram kemurnian senyawa II	57
4.12 <i>Overlay</i> Spektra senyawa II metode konvensional dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	59
4.13 Spektrum serapan inframerah senyawa II dengan metode pelet KBr	60
4.14 Spektrum H ¹ -NMR senyawa II	61
4.15 Rancangan struktur 3-hidroksi-1-(2,4-dimetoksifenil)-3-(2- nitrofenil)propan-1-on	63
4.16 Mekanisme reaksi pembentukan khalkon berdasarkan kondensasi <i>Claisen-Schmidt</i>	64
4.17 Mekanisme reaksi pembentukan ion enolat dalam kondensasi <i>Claisen- Schmidt</i>	66

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Skema kerja sintesis senyawa I dan senyawa II dengan metode konvensional	72
B. Skema kerja sintesis senyawa I dan senyawa II dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	73
C. Perhitungan berat teoritis senyawa I	74
D. Perhitungan berat teoritis senyawa II.....	75
E. Sintesis senyawa II dengan bantuan iradiasi gelombang mikro sesuai kondisi optimum senyawa I	76
F. Spektrum H^1 -NMR senyawa I dengan program Mnova	77
G. Spektrum H^1 -NMR senyawa II dengan program Mnova	79
H. Mekanisme reaksi <i>Baeyer-Drewsen</i>	81
I. Perhitungan berat teoritis senyawa yang terbentuk.....	82
J. Persentase rendemen berdasarkan senyawa yang terbentuk	83