

**PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA
4-METOKSIKALKON DAN 4-METOKSI-4'-NITROKALKON
DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO**



DESY LIYADI

2443014006

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

2017

**PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA
4-METOKSIKALKON DAN 4-METOKSI-4'-NITROKALKON
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:
DESY LIYADI
2443014006**

Telah disetujui pada tanggal 13 Desember 2017 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,




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

Pembimbing II,



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

Mengetahui,
Ketua Penguji



Prof. Dr. Bambang Soekardjo, SU., Apt.
NIK. 241.06.0588

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Perbandingan Sintesis antara Senyawa 4-Metoksikhalkon dan 4-Metoksi-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, 13 Desember 2017



Desy Liyadi

2443014006

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, 13 Desember 2017



Desy Liyadi

2443014006

ABSTRAK

**PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA
4-METOKSIKHALKON DAN 4-METOKSI-4'-NITROKHALKON
DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO**

**Desy Liyadi
2443014006**

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan sintesis senyawa derivat khalkon melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara 4-metoksiasetofenon dengan benzaldehid dan 4-nitrobenzaldehyd dengan cara konvensional dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro serta menentukan pengaruh substituen nitro pada posisi para pada benzaldehid terhadap hasil reaksi antara 4-metoksiasetofenon dengan 4-nitrobenzaldehyd. Senyawa hasil sintesis dianalisis dengan uji KLT, titik leleh, spektroskopi IR dan RMI-¹H. Diperoleh rendemen hasil sintesis senyawa 4-metoksikhalkon dengan cara konvensional sebesar 83,58% dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro sebesar 52,78%. Reaksi antara 4-metoksiasetofenon dan 4-nitrobenzaldehyd dengan cara konvensional tidak menghasilkan senyawa 4-metoksi-4'-nitrokhalkon, namun membentuk senyawa 3-hidroksi-1-(4-metoksifenil)-3-(4-nitrofenil)propan-1-on sedangkan sintesis dengan bantuan iradiasi gelombang mikro belum dapat menghasilkan senyawa tunggal. Dapat disimpulkan bahwa rendemen hasil sintesis senyawa 4-metoksikhalkon dengan cara konvensional lebih besar dibandingkan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro dan adanya substituen nitro pada posisi para pada benzaldehid menyebabkan belum terbentuknya senyawa derivat khalkon.

Kata kunci : 4-metoksikhalkon, 4-nitrobenzaldehyd, kondensasi Claisen-Schmidt, metode konvensional, iradiasi gelombang mikro.

ABSTRACT

**COMPARISON OF SYNTHESIS BETWEEN
4-METHOXYCHALCONE AND
4-METHOXY-4'-NITROCHALCONE COMPOUNDS
WITH MICROWAVE IRRADIATION ASSISTANCE**

**Desy Liyadi
2443014006**

The aim of this research was to compare the synthesis of chalcone derivatives via Claisen-Schmidt condensation reaction between 4-methoxyacetophenone with benzaldehyde and 4-nitrobenzaldehyde by conventional method and microwave irradiation assistance and to determine the effect of nitro substituent at para position on benzaldehyde towards the reaction product between 4-methoxyacetophenone and 4-nitrobenzaldehyde. The synthesized compounds were analyzed by TLC, melting point test, IR and ¹H-NMR spectroscopy. The yield obtained of 4-methoxychalcone synthesized by conventional method and microwave irradiation assistance were 83.58% and 52.78%, respectively. The reaction between 4-methoxyacetophenone and 4-nitrobenzaldehyde by conventional method formed 3-hydroxy-1-(4-methoxyphenyl)-3-(4-nitrophenyl)propan-1-one instead of 4-methoxy-4'-nitrochalcone while the synthesis by microwave irradiation assistance could not form a single compound yet. It could be concluded that the yield of synthesis of 4-methoxychalcone by conventional method was higher than by microwave irradiation assistance and that the presence of nitro substituent at para position on benzaldehyde caused chalcone derivative compound had not been formed yet.

Keywords : 4-methoxychalcone, 4-nitrobenzaldehyde, Claisen-Schmidt condensation, conventional method, microwave irradiation.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga skripsi dengan judul “Perbandingan Sintesis antara Senyawa 4-Metoksikhalkon dan 4-Metoksi-4'-nitrokhalkon dengan Bantuan 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 terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama proses pembuatan naskah skripsi ini, yaitu:

1. Tuhan Yang Maha Esa yang karena karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Prof. Dr. J.S. Ami Soewandi, Apt. selaku pembimbing I dan Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt. selaku pembimbing II yang senantiasa memberikan bimbingan dan pengarahan dari awal hingga akhir pengerjaan skripsi ini.
3. Prof. Dr. Bambang Soekardjo, SU., Apt. selaku penguji I dan Catherine Caroline, S.Si., M.Si., Apt. selaku penguji II dan Penasehat Akademik yang telah memberikan saran dan masukan dalam perbaikan penyusunan naskah skripsi ini.
4. Drs. Kuncoro Foe, Ph.D., G.Dip.Sc., Apt. selaku Rektor, Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D., Apt. selaku Dekan, dan Dr. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah menyediakan fasilitas untuk pelaksanaan penelitian sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

5. Seluruh staf laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya Pak Heri selaku laboran di Laboratorium Kimia Organik dan Pak Dwi selaku laboran di Laboratorium Penelitian, yang telah membantu pelaksanaan penelitian.
6. Orang tua dan saudara yang telah memberikan dukungan baik secara moral maupun material sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
7. Teman-teman Pejuang S. Chalcone yang saling bekerja sama dan mendukung demi terselesaikannya skripsi ini.
8. Teman-teman Sesquiterpen yang selalu memberikan dukungan demi terselesaikannya skripsi ini.
9. Teman-teman Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, khususnya angkatan 2014, yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan skripsi ini.
10. Pihak-pihak lain yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca. 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. Terima kasih.

Surabaya, 13 Desember 2017

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT.....	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Penelitian.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Hipotesis Penelitian.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Tinjauan tentang Khalkon.....	8
2.2 Tinjauan tentang Reaksi Adisi Nukleofilik pada Gugus Karbonil.....	10
2.3 Tinjauan tentang Reaksi Kondensasi Karbonil.....	12
2.3.1. Kondensasi Aldol.....	12
2.3.2. Kondensasi Aldol Silang.....	13
2.3.3. Reaksi Cannizaro.....	13
2.4 Tinjauan tentang Reaksi Sintesis Khalkon.....	13
2.4.1. Kondensasi Claisen-Schmidt.....	14
2.4.2. Kopling Suzuki.....	14

	Halaman
2.4.3. Reaksi Wittig.....	15
2.4.4. Tata Ulang Fries	16
2.5 Tinjauan tentang Iradiasi Gelombang Mikro	16
2.6 Tinjauan tentang Bahan untuk Sintesis	18
2.6.1. Senyawa 4-Metoksiasetofenon.....	18
2.6.2. Senyawa Benzaldehid	18
2.6.3. Senyawa 4-Nitrobenzaldehyd	19
2.6.4. Etanol.....	19
2.6.5. Natrium Hidroksida	19
2.7 Tinjauan tentang Rekristalisasi	20
2.8 Tinjauan tentang Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	20
2.8.1. Uji Kromatografi Lapis Tipis	20
2.8.2. Uji Titik Leleh.....	21
2.9 Tinjauan tentang Uji Identifikasi Struktur	22
2.9.1. Uji Spektrofotometri Inframerah.....	22
2.9.2. Uji Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti	23
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	25
3.1 Jenis Penelitian.....	25
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	25
3.2.1. Bahan Penelitian.....	25
3.2.2. Alat Penelitian	25
3.3 Tahapan Penelitian	26
3.4 Metode Penelitian.....	27
3.4.1. Sintesis Senyawa 4-Metoksikhalkon dengan Cara Konvensional.....	27

	Halaman
3.4.2. Sintesis Senyawa 4-Metoksikhalkon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	27
3.4.3. Sintesis Senyawa 4-Metoksi-4'-nitrokhalkon dengan Cara Konvensional	28
3.4.4. Sintesis Senyawa 4-Metoksi-4'-nitrokhalkon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	29
3.4.5. Uji Kemurnian Senyawa Hasil Sintesis	29
3.4.6. Identifikasi Struktur Senyawa Hasil Sintesis	30
3.5 Analisis Data	30
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1 Hasil Sintesis Senyawa 1	31
4.1.1. Hasil Sintesis Senyawa 1 dengan Cara Konvensional.....	31
4.1.2. Hasil Sintesis Senyawa 1 dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	32
4.1.3. Uji Kemurnian Senyawa 1	34
4.1.4. Identifikasi Struktur Senyawa 1	36
4.1.5. Perbandingan antara Hasil Sintesis Senyawa 1 dengan Cara Konvensional dan dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	40
4.2 Hasil Sintesis Senyawa 2	41
4.2.1. Hasil Sintesis Senyawa 2 dengan Cara Konvensional.....	41
4.2.2. Hasil Sintesis Senyawa 2 dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	45
4.2.3. Uji Kemurnian Senyawa 2	46
4.2.4. Identifikasi Struktur Senyawa 2	49

	Halaman
4.2.5. Perbandingan antara Hasil Sintesis Senyawa 2 dengan Cara Konvensional dan dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	54
4.3 Pengaruh Substituen Nitro pada Posisi Para terhadap Sintesis Senyawa 2	54
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	56
5.1 Kesimpulan	56
5.2 Saran	56
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN.....	63

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1. Rendemen hasil sintesis senyawa 1 secara konvensional	32
Tabel 4.2. Rendemen hasil sintesis senyawa 1 dengan bantuan iradiasi gelombang mikro	33
Tabel 4.3. Hasil uji kemurnian senyawa 1 secara KLT	35
Tabel 4.4. Data titik leleh hasil sintesis senyawa 1.....	35
Tabel 4.5. Interpretasi data spektrum IR senyawa 1	37
Tabel 4.6. Interpretasi data spektrum RMI- ¹ H hasil sintesis senyawa 1 secara konvensional.....	38
Tabel 4.7. Rendemen hasil sintesis senyawa 2 secara konvensional	44
Tabel 4.8. Hasil uji kemurnian senyawa 2 secara KLT	48
Tabel 4.9. Data titik leleh hasil sintesis senyawa 2.....	48
Tabel 4.10. Interpretasi data spektrum IR hasil sintesis senyawa 2 secara konvensional	49
Tabel 4.11. Interpretasi data spektrum RMI- ¹ H hasil sintesis senyawa 2 secara konvensional.....	50

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1. Reaksi sintesis khalkon melalui kondensasi Claisen-Schmidt	2
Gambar 1.2. Struktur senyawa derivat khalkon yang akan disintesis.....	3
Gambar 1.3. Mekanisme reaksi sintesis khalkon melalui kondensasi Claisen-Schmidt	4
Gambar 1.4. Pengaruh substituen nitro terhadap reaksi adisi nukleofilik pada gugus karbonil	4
Gambar 2.1. Struktur molekul <i>Broussochalcone A</i>	9
Gambar 2.2. Struktur molekul khalkonaringenin	10
Gambar 2.3. Struktur molekul isoliquiritigenin	10
Gambar 2.4. Mekanisme reaksi adisi nukleofilik pada gugus karbonil	11
Gambar 2.5. Mekanisme reaksi kondensasi aldol	12
Gambar 2.6. Contoh reaksi kondensasi aldol silang.....	13
Gambar 2.7. Reaksi Cannizaro.....	13
Gambar 2.8. Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt.....	14
Gambar 2.9. Reaksi sintesis khalkon melalui kopling Suzuki	15
Gambar 2.10. Sintesis khalkon melalui reaksi Wittig	16
Gambar 2.11. Reaksi sintesis khalkon melalui tata ulang Fries.....	16
Gambar 2.12. Struktur molekul 4-metoksiasetofenon.....	18
Gambar 2.13. Struktur molekul benzaldehid	18
Gambar 2.14. Struktur molekul 4-nitrobenzaldehyd	19
Gambar 2.15. Struktur molekul etanol	19
Gambar 4.1. Hasil sintesis senyawa 1 secara konvensional	31

Gambar 4.2. Hasil KLT pemantauan proses reaksi sintesis senyawa 1 dengan bantuan iradiasi gelombang mikro.....	32
Gambar 4.3. Hasil sintesis senyawa 1 dengan bantuan iradiasi gelombang mikro.....	33
Gambar 4.4. Hasil uji kemurnian senyawa 1 secara KLT	34
Gambar 4.5. <i>Overlay</i> spektra IR hasil sintesis senyawa 1 secara konvensional dan dengan bantuan iradiasi gelombang mikro dengan metode pelet KBr	36
Gambar 4.6. Spektrum IR hasil sintesis senyawa 1 secara konvensional dengan metode pelet KBr	37
Gambar 4.7. Spektrum RMI- ¹ H hasil sintesis senyawa 1 secara konvensional	38
Gambar 4.8. Struktur senyawa 4-metoksikhalkon	39
Gambar 4.9. Mekanisme reaksi sintesis senyawa 4-metoksikhalkon berdasarkan kondensasi Claisen-Schmidt	40
Gambar 4.10. Hasil sintesis senyawa 2 sesuai dengan kondisi senyawa 1	41
Gambar 4.11. Hasil uji KLT sintesis senyawa 2 setelah berbagai perlakuan.....	42
Gambar 4.12. Reaksi yang mungkin terjadi dalam sintesis senyawa 2	43
Gambar 4.13. Hasil sintesis senyawa 2 secara konvensional	44
Gambar 4.14. Hasil KLT pemantauan proses reaksi sintesis senyawa 2 dengan bantuan iradiasi gelombang mikro.....	46
Gambar 4.15. Hasil sintesis senyawa 2 dengan bantuan iradiasi gelombang mikro.....	46
Gambar 4.16. Hasil uji kemurnian senyawa 2 secara KLT	47

	Halaman
Gambar 4.17. Spektrum IR hasil sintesis senyawa 2 secara konvensional dengan metode pelet KBr	49
Gambar 4.18. Spektrum RMI- ¹ H hasil sintesis senyawa 2 secara konvensional	50
Gambar 4.19. Struktur senyawa 3-hidroksi-1-(4-metoksifenil)-3-(4-nitrofenil)propan-1-on	52
Gambar 4.20. Mekanisme reaksi sintesis senyawa 3-hidroksi-1-(4-metoksifenil)-3-(4-nitrofenil)propan-1-on	53

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A Skema Sintesis Senyawa 1 dan Senyawa 2 dengan Cara Konvensional	63
Lampiran B Skema Sintesis Senyawa 1 dan Senyawa 2 dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro	64
Lampiran C Perhitungan Berat Teoritis Sintesis Senyawa 1	65
Lampiran D Perhitungan Berat Teoritis Sintesis Senyawa 2	66
Lampiran E Perbesaran Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 1	68
Lampiran F Analisis Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 1 dengan Program Mnova	69
Lampiran G Perbesaran Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2	70
Lampiran H Analisis Spektrum RMI- ¹ H Senyawa 2 dengan Program Mnova	72
Lampiran I Spektrum Inframerah Senyawa 4-Metoksiasetofenon, Benzaldehid, dan 4-Nitrobenzaldehyd	73