

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



**VINCENTIUS TIO PUTRA WIBAWA
2443014003**

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

**PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA
2-METOKSIKALKON DAN 2,4'-DIMETOKSIKALKON
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:

VINCENTIUS TIO PUTRA WIBAWA

2443014003

Telah disetujui pada tanggal 13 Desember 2017 dan dinyatakan LULUS

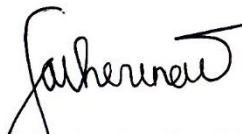
Pembimbing I,



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

NIK. 241.02.0542

Pembimbing II,



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

NIK. 241.00.0444

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 2-metoksikhalkon dan 2,4'-dimetoksikhalkon dengan Bantuan Iradiasi Gelombang Mikro** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu Digital Library Perpustakaan Universitas Katolik 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



Vincentius Tio Putra Wibawa

2443014003

Saya menyatakan dengan sesungguhnya, bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sangsi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 13 Desember 2017



Vincentius Tio Putra Wibawa

2443014003

ABSTRAK

PERBANDINGAN SINTESIS ANTARA SENYAWA 2-METOKSIKHALKON DAN 2,4'-DIMETOKSIKHALKON DENGAN BANTUAN IRADIASI GELOMBANG MIKRO

Vincentius Tio Putra Wibawa
2443014003

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 2-metoksikhalkon dan 2,4'-dimetoksikhalkon dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. 2-metoksikhalkon disintesis dari 2'-metoksiasetofenon dan benzaldehid sedangkan 2,4'-dimetoksikhalkon disintesis dari 2'-metoksiasetofenon dan 4-metoksibenzaldehid. 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 2-metoksikhalkon dan 2,4'-dimetoksikhalkon dapat disintesis dengan bantuan iradiasi gelombang mikro. Rendemen yang dihasilkan senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon adalah 69,69%, sedangkan 2-metoksikhalkon adalah 5,15%. Pengaruh gugus metoksi ($-\text{OCH}_3$) pada benzaldehid mempermudah reaksi pembentukan senyawa khalkon ditinjau dari rendemen hasil sintesis.

Kata kunci: *Claisen-Schmidt*, iradiasi gelombang mikro, 2-metoksikhalkon, 2,4'-dimetoksikhalkon, 4-metoksibenzaldehid.

ABSTRACT

COMPARISON OF SYNTHESIS BETWEEN 2-METHOXYCHALCONE AND 2,4'-DIMETHOXYCHALCONE COMPOUNDS WITH MICROWAVE IRRADIATION ASSISTANCE

Vincentius Tio Putra Wibawa
2443014003

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 2-methoxychalcone and 2,4'-dimethoxychalcone compounds with microwave irradiation assistance had been done. 2-methoxychalcone was synthesized from 2'-methoxyacetophenone and benzaldehyde, while 2,4'-dimethoxychalcone was synthesized from 2'-methoxyacetophenone and 4-methoxybenzaldehyde. 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, 2-methoxychalcone and 2,4'-dimethoxychalcone compounds can be synthesized by microwave irradiation assistance. The yield of 2,4'-dimethoxychalcone was 69,69%, while 2-methoxychalcone was 5,15%. The effect of methoxy groups ($-\text{OCH}_3$) on benzaldehyde ease the reaction of the formation of chalcone compounds in terms of yield of the synthesis product.

Keywords: *Claisen-Schmidt*, microwave irradiation, 2-methoxychalcone, 2,4'-dimethoxychalcone, 4-methoxybenzaldehyde.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karunia-Nya, skripsi yang berjudul **“Perbandingan Sintesis Antara Senyawa 2-metoksikhalkon dan 2,4’-dimetoksikhalkon 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 (Antonius Hartanto dan Tri Antini) dan saudara (Vincentia SHS) 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. Bambang Soekardjo, SU., 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 dan Buntoz yang selalu menemani, memberi masukan, dan membantu proses pengerjaan skripsi khususnya Christina, Desy, Ong Cong, Jefferson, Teddy, dan Navy,
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, 13 Desember 2017

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Hipotesis Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tinjauan Reaksi Organik	7
2.1.1 Substitusi Elektrofilik pada Aromatis	7
2.1.2 Adisi Nukleofilik pada Gugus Karbonil	8
2.2 Tinjauan Reaksi Cannizaro	8
2.3 Tinjauan Reaksi Kondensasi.....	9
2.3.1 Kondensasi Aldol	9
2.3.2 Kondensasi Aldol Silang.....	10
2.3.3 Kondensasi <i>Claisen</i>	10
2.3.4 Kondensasi <i>Claisen Schmidt</i>	11
2.4 Tinjauan Bahan Sintesis.....	11
2.4.1 Benzaldehid.....	11

	Halaman
2.4.2 4-Metoksibenzaldehid	12
2.4.3 2'-Metoksiasetofenon	13
2.5 Tinjauan tentang Khalkon.....	13
2.6 Tinjauan Pengaruh Gugus Metoksi pada Reaksi Kondensasi	14
2.7 Tinjauan Metode Sintesis Iradiasi Gelombang Mikro	15
2.8 Tinjauan Analisis Senyawa Hasil Sintesis	16
2.8.1 Penentuan Titik Leleh	16
2.8.2 Kromatografi Lapis Tipis	17
2.8.3 Spektroskopi Inframerah	19
2.8.4 Spektroskopi Resonansi Magnet Inti	21
 BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1 Jenis Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan.....	23
3.3 Metode Penelitian	24
3.4 Metode Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis	24
3.4.1 Identifikasi Titik Leleh	24
3.4.2 Identifikasi Kromatografi Lapis Tipis	25
3.4.3 Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi IR	25
3.4.4 Identifikasi Struktur dengan Spektroskopi RMI-H ¹	25
3.5 Tahapan Penelitian.....	26
3.5.1 Penentuan Kondisi Optimum Senyawa 2-metoksikhalkon	26
3.5.2 Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon	26
3.5.3 Sintesis Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	27
3.6 Analisis Data.....	28

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Optimasi Kondisi Reaksi	29
4.1.1 Kondisi Optimum Senyawa 2-metoksikhalkon	29
4.2 Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon	30
4.2.1 Hasil Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon	30
4.2.2 Rendemen Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon	31
4.3 Uji Kemurnian Senyawa 2-metoksikhalkon	33
4.3.1 Uji Kemurnian Senyawa dengan Kromatografi Lapis Tipis ...	33
4.3.2 Uji Kemurnian Senyawa dengan Penentuan Titik Leleh	34
4.4 Identifikasi Senyawa 2-metoksikhalkon	35
4.4.1 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi IR	35
4.4.2 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi RMI-H ¹	36
4.5 Sintesis Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	41
4.5.1 Hasil Sintesis Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	41
4.5.2 Rendemen Sintesis Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	41
4.6 Uji Kemurnian Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	42
4.6.1 Uji Kemurnian Senyawa dengan Kromatografi Lapis Tipis ...	42
4.6.2 Uji Kemurnian Senyawa dengan Penentuan Titik Leleh	44
4.7 Identifikasi Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	45
4.7.1 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi IR	45
4.7.2 Identifikasi Senyawa dengan Spektroskopi RMI-H ¹	46

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	51

DAFTAR PUSTAKA	52
-----------------------------	----

LAMPIRAN	55
-----------------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Karakteristik Absorpsi Inframerah beberapa Gugus Fungsi	20
4.1 Data hasil optimasi kondisi reaksi senyawa 2-metoksikhalkon	29
4.2 Rendemen sintesis senyawa 2-metoksikhalkon	31
4.3 Data nilai Rf senyawa 2-metoksikhalkon	34
4.4 Interpretasi data spektrum IR senyawa 2-metoksikhalkon	36
4.5 Interpretasi data spektrum RMI-H ¹ senyawa 2-metoksikhalkon	37
4.6 Rendemen sintesis senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon.....	41
4.7 Data nilai Rf senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon.....	43
4.8 Data titik leleh senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon.....	44
4.9 Interpretasi data spektrum IR senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	46
4.10 Interpretasi data spektrum RMI-H ¹ senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	47

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1.1 Struktur dasar khalkon	1
1.2 Reaksi pembentukan ion enolat	2
1.3 Mekanisme reaksi sintesis 2-metoksikhalkon	4
2.1 Mekanisme reaksi Cannizaro.....	8
2.2 Mekanisme reaksi kondensasi aldol.....	9
2.3 Struktur benzaldehid	12
2.4 Struktur 4-metoksibenzaldehid	13
2.5 Struktur 2'-metoksiasetofenon.....	13
2.6 Struktur dasar khalkon	14
4.1 Uji KLT penentuan kondisi optimum senyawa 2-metoksikhalkon.....	30
4.2 Senyawa 2-metoksikhalkon	31
4.3 Uji KLT senyawa hasil sintesis.....	33
4.4 Spektrum IR senyawa 2-metoksikhalkon	35
4.5 Spektrum RMI-H ¹ senyawa 2-metoksikhalkon	37
4.6 Struktur senyawa 2-metoksikhalkon.....	39
4.7 Mekanisme reaksi senyawa 2-metoksikhalkon.....	40
4.8 Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon.....	41
4.9 Uji KLT senyawa hasil sintesis.....	43
4.10 Spektrum IR senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	45
4.11 Spektrum RMI-H ¹ senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	47
4.12 Struktur senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon	49

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1 Skema Kerja Optimasi Senyawa 2-metoksikhalkon	55
2 Skema Kerja Sintesis Senyawa 2-metoksikhalkon	56
3 Skema Kerja Sintesis Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon.....	57
4 Perhitungan Rendemen Senyawa 2-metoksikhalkon	58
5 Perhitungan Rendemen Senyawa 2,4'-dimetoksikhalkon.....	59
6 Spektrum IR 2-metoksikhalkon	60
7 Spektrum IR 2,4'-dimetoksikhalkon.....	61
8 Spektrum RMI-H ¹ 2-metoksikhalkon (PERBESARAN 1).....	62
9 Spektrum RMI-H ¹ 2-metoksikhalkon (PERBESARAN 2).....	63
10 Spektrum RMI-H ¹ 2-metoksikhalkon (MNOVA)	64
11 Spektrum RMI-H ¹ 2,4'-dimetoksikhalkon (PERBESARAN 1)	65
12 Spektrum RMI-H ¹ 2,4'-dimetoksikhalkon (PERBESARAN 2)	66
13 Spektrum RMI-H ¹ 2,4'-dimetoksikhalkon (PERBESARAN 3)	67
14 Spektrum RMI-H ¹ 2,4'-dimetoksikhalkon (MNOVA)	68
15 Spektrum IR 2'-metoksiasetofenon	79
16 Spektrum IR Benzaldehid	70
17 Spektrum IR 4-metoksibenzaldehid.....	71