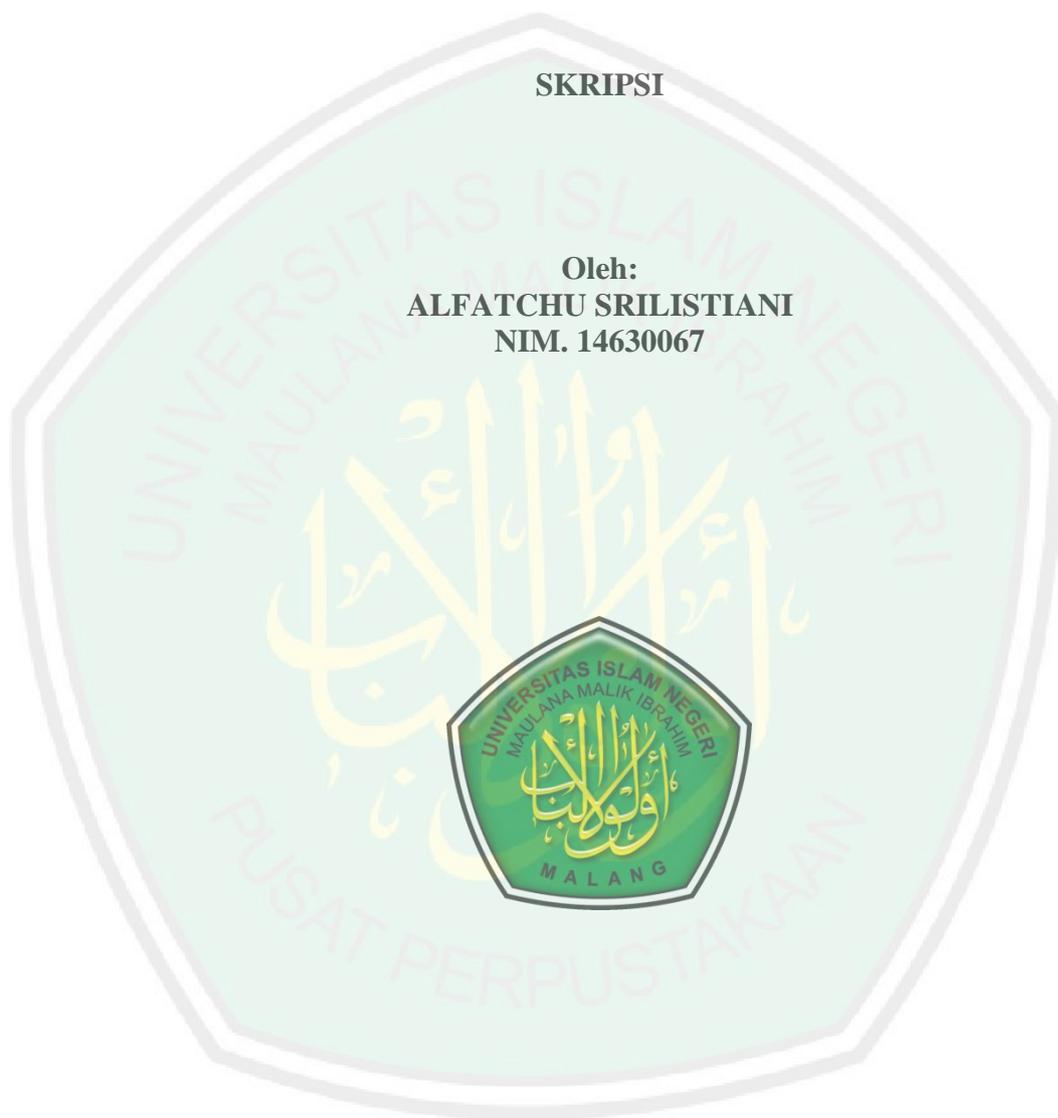


**VARIASI MOL KATALIS NaOH PADA SINTESIS SENYAWA TURUNAN
KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON MENGGUNAKAN
METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
ALFATCHU SRILISTIANI
NIM. 14630067



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**VARIASI MOL KATALIS NaOH PADA SINTESIS SENYAWA TURUNAN
KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON MENGGUNAKAN
METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
ALFATCHU SRILISTIANI
NIM. 14630067

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**VARIASI MOL KATALIS NaOH PADA SINTESIS SENYAWA TURUNAN
KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON MENGGUNAKAN
METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
ALFATCHU SRILISTIANI
NIM. 14630067

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 11 Januari 2019

Pembimbing I



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Pembimbing II



Umayyatus Syarifah, M.A.
NIP. 19820925 200901 2 005

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**VARIASI MOL KATALIS NaOH PADA SINTESIS SENYAWA TURUNAN
KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON MENGGUNAKAN
METODE PENGGERUSAN**

SKRIPSI

Oleh:
ALFATCHU SRILISTIANI
NIM. 14630067

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 7 Januari 2019

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si (.....
NIP. 19760611 200501 2 006

Ketua Penguji : A. Ghanaim Fasya, M.Si (.....
NIP. 19820616 200604 1 002

Sekretaris Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc (.....
NIDT. 19851225 20160801 1 069

Anggota Penguji : Umayyatus Syarifah, M.A. (.....
NIP. 19820925 200901 2 005



Mengesahkan,
Ketua Jurusan

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Alfatchu Srilistiani

NIM : 146300

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Variasi Mol Katalis NaOH pada Sintesis Senyawa Turunan Kalkon dari Vanilin dan Asetofenon Menggunakan Metode Penggerusan”

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 07 Januari 2019
Yang Membuat Pernyataan,



Alfatchu Srilistiani
NIM. 14630067

MOTTO

‘THERE IS ALWAYS GOODNESS IN FAILURE WITH SINCERITY’



HALAMAN PERSEMBAHAN

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ

Karya ini saya persembahkan kepada ayah saya Muhammad Rowi dan ibu saya Alfiana, serta kedua kakak saya yang selalu melantunkan doa tanpa lelah serta dukungan moral dan material selama masa kuliah.

Seluruh guru-guru saya yang telah sabar mendidik dan membimbing, berharap kemanfaatan dan keberkahan ilmu yang kudapatkan.

Tim penelitian “synthesis of chalcone” Rahmawati Fijriani, S.Si yang telah bersama-sama melewati masa asam, pahit, manisnya sebuah penelitian. Seluruh anggota kelas KIMIA-C yang telah bersama-sama melewati masa perkuliahan.

KATA PENGANTAR

Dengan mengucap puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala ridho-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan penelitian untuk skripsi yang berjudul **“Variasi Mol Katalis NaOH Sintesis Senyawa Turunan Kalkon dari Vanilin dan Asetofenon Menggunakan Metode Penggerusan”** dengan tepat waktu, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Shalawat dan salam tak lupa penulis sampaikan kepada panutan umat islam Nabi Muhammad SAW serta keluarga, sahabat dan para pengikutnya yang setia hingga akhir zaman, karenanya mendapat pencerahan menuju jalan yang lurus dan jalan yang diridhoi.

Selanjutnya penulis haturkan ucapan terimakasih seiring doa dan harapan *jazakumullan ahsanal jaza'* kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya penelitian ini. Ucapan terimakasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Bapak dan Ibu tercinta sebagai orang tua serta kakak yang selalu memberi motivasi. Perjuangan dan keikhlasan kalian membuat kami malu untuk tidak berprestasi dan berkarya.
2. Prof. Dr. H. Abdul Haris M,Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ahmad Hanapi, M.Sc selaku dosen pembimbing yang telah sedemikian sabar untuk membimbing.
6. Umaiyatus Syarifah, M.A selaku dosen pembimbing agama yang telah memberi masukan tentang hubungan ilmu kimia dengan integrasi Al-Qur'an.

7. A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen konsultan yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam penelitian tugas akhir ini.
8. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
9. Teman-teman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya serta canda tawa pada penulis dalam proses pengerjaan penelitian ini.
10. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan skripsi ini selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa penelitian dalam skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik serta saran atas kekurangan isi dalam skripsi ini akan diterima dengan senang hati. Akhir kata semoga dengan tersusunnya skripsi ini dapat memberikan manfaat dan masukan bagi semua pihak. Amin

Malang, 11 Januari 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
الملخص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Vanilin	6
2.2 Asetofenon	8
2.3 Senyawa Kalkon	8
2.4 Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt.....	9
2.5 Metode <i>Green Synthesis</i> Menggunakan Teknik Penggerusan	11
2.6 Identifikasi Senyawa Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	13
2.7 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR	14
2.8 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM	15
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat	17
3.2.2 Bahan	17
3.3 Rancangan Penelitian	17
3.4 Tahapan Penelitian	18
3.5 Cara Kerja	18
3.5.1 Sintesis Senyawa.....	18
3.5.2 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Senyawa Produk	19
3.5.2.1 Pengamatan Sifat Fisik.....	19
3.5.2.2 Uji Kimia.....	19

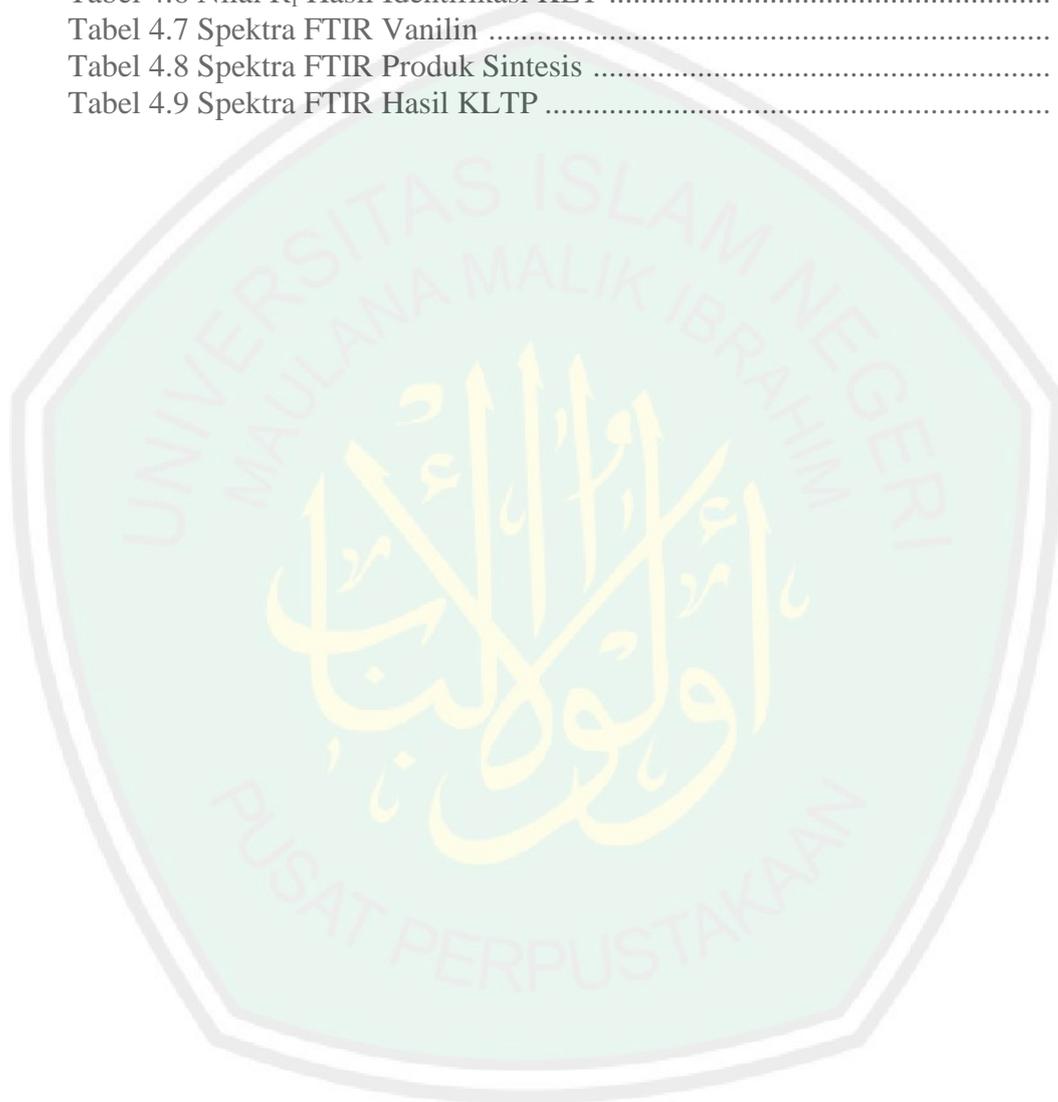
3.5.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLT.....	19
3.5.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR.....	21
3.5.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on	22
4.2 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Senyawa Produk.....	26
4.2.1 Pengamatan Sifat Fisik.....	26
4.2.2 Uji Kimia.....	27
4.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLT	33
4.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR	36
4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM	41
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran	47
DAFTAR PUSTAKA	48
LAMPIRAN.....	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Struktur Kalkon	1
Gambar 2.1 Struktur Vanilin.....	7
Gambar 2.2 Struktur Asetofenon	8
Gambar 2.3 Struktur Kalkon.....	9
Gambar 4.1 Mekanisme Reaksi	23
Gambar 4.2 Hasil Uji Kimia	28
Gambar 4.3 Reaksi Pembentukan Garam pada Produk	28
Gambar 4.4 Reaksi Kembali Pembentukan Senyawa Target	29
Gambar 4.5 Hasil Uji Basa dalam Kloroform.....	30
Gambar 4.6 Hasil Uji Basa dalam Air	31
Gambar 4.7 Hasil KLTA.....	33
Gambar 4.8 Hasil KLT 2D.....	35
Gambar 4.9 Animasi Hasil KLT 2D	35
Gambar 4.10 Hasil KLTP	36
Gambar 4.11 Spektra FTIR Senyawa Vanilin.....	37
Gambar 4.12 Gabungan Spektra FTIR Senyawa Produk Variasi 1-4	38
Gambar 4.13 Spektra FTIR Hasil KLTP.....	39
Gambar 4.14 Kromatogram KG.....	41
Gambar 4.15 Spektra Massa Puncak 1.....	42
Gambar 4.16 Pola Fragmentasi Asetofenon.....	42
Gambar 4.17 Spektra Massa Puncak 2.....	43
Gambar 4.18 Pola Fragmentasi Vanilin	44

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Randemen Produk Hasil Sintesis	24
Tabel 4.2 Sifat Fisik Senyawa Produk	26
Tabel 4.3 Hasil Uji Kimia Reaktan dan Produk	27
Tabel 4.4 Hasil Uji Kimia Produk dalam Pelarut Kloroform	29
Tabel 4.5 Hasil Uji Kimia Produk dalam Pelarut Air	31
Tabel 4.6 Nilai R_f Hasil Identifikasi KLT	34
Tabel 4.7 Spektra FTIR Vanilin	37
Tabel 4.8 Spektra FTIR Produk Sintesis	38
Tabel 4.9 Spektra FTIR Hasil KLTP	40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian	53
Lampiran 2 Diagram Alir	57
Lampiran 3 Perhitungan	58
Lampiran 4 Hasil Identifikasi FTIR dan KG-SM	63
Lampiran 5 Dokumentasi	67



ABSTRAK

Srulistiani, A. 2018. **Variasi Mol Katalis NaOH Pada Sintesis Senyawa Turunan Kalkon Dari Vanilin Dan Asetofenon Menggunakan Metode Penggerusan**. Seminar Hasil Penelitian. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Ahmad Hanapi, M.Sc. Pembimbing II: Umayyatus Syarifah, M.A. Konsultan: A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Kata kunci: kalkon, vanilin, asetofenon, kondensasi Claisen-Schmidt, *green-synthesis*.

Sintesis senyawa yang sesuai dengan prinsip *green chemistry* dinamakan *green-synthesis*, salah satunya adalah teknik penggerusan yang memberikan waktu relatif singkat serta ramah lingkungan. Penelitian ini dilakukan untuk sintesis dan karakterisasi senyawa turunan kalkon dari vanilin dan setofenon melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt menggunakan teknik penggerusan dengan variasi mol katalis NaOH.

Sintesis senyawa target dilakukan dengan menggerus vanilin, asetofenon dan NaOH. Teknik penggerusan merupakan teknik pencampuran dengan menumbuk reaktan dan katalis dalam mortar selama 30 menit pada suhu ruang. Pada penelitian ini digunakan variasi mol katalis NaOH yaitu 2,5; 5; 7,5 dan 10 mmol. Kristal hasil sintesis diukur titik lelehnya, dilakukan uji kimia serta diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis, spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk hasil sintesis pada berbagai variasi didapatkan randemen yang berbeda-beda. Variasi 1, 2, 3 dan 4, secara berurutan didapatkan randemen sebesar 58,2; 59,2; 65 dan 64,2%. Setiap variasi hasil produk memiliki kemiripan, mulai dari sifat fisik yang berbentuk kristal berwarna kuning dengan titik leleh 65-75 °C. Produk larut dalam etanol dan kloroform. Pada uji kimia ketika ditambahkan larutan basa NaOH terjadi perubahan warna dari produk kristal kuning menjadi larutan berwarna oranye. Hasil KLT pada lampu UV 366 nm menunjukkan bahwa pada spot 1 yang berwarna biru diduga senyawa vanilin dengan nilai R_f 0,54 dan spot 2 yang berwarna hijau diduga sebagai senyawa target dengan nilai R_f 0,58 – 0,6. Spektra FTIR produk menunjukkan adanya serapan gugus -OH (3477 cm^{-1}) dan (3180 cm^{-1}), -C=C ($1511 - 1430\text{ cm}^{-1}$), -C=O aldehida (1668 cm^{-1}), -C-H aldehida (2861 cm^{-1}), dan -C-O-C (1267 cm^{-1}). Hasil kromatogram KG-SM didapatkan 2 puncak yang merupakan puncak dari asetofenon dengan *base peak* m/z 105 dan vanilin dengan *base peak* m/z 151.

ABSTRACT

Srilistiani, A. 2018. **Variation of Mole NaOH Catalyst in Synthesis of Chalcone Derivative Compounds from Vanillin and Acetophenone Using Grinding Method.** Research Result Seminar. Department of Chemistry the Faculty of Science and Technology Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Ahmad Hanapi, M.Sc. Supervisor II: Umai'yatus Syarifah, MA . Consultant: A. Ghanaim Fasya, M.Si

Keywords: chalcone, vanillin, acetophenone, Claisen-Schmidt condensation, *green synthesis*.

Synthesis of compounds in accordance with the principles of green chemistry is called green-synthesis, one of which is a grinding technique that provides relatively short time and environmentally friendly. This research was carried out for the synthesis and characterization of compounds chalcone derivatives from vanillin and acetophenone through Claisen-Schmidt condensation reaction using grinding techniques with variations of mole NaOH catalysts.

The synthesis of target compounds was carried out by grinding vanillin, acetophenone and NaOH. Grinding technique is a mixing technique by mashing reactants and catalysts in mortar for 30 minutes at room temperature . In this study the mole variation of NaOH catalyst used was 2.5; 5; 7.5 and 10 mmol. The crystal of synthesis results were measured for melting point, chemical tests were carried out and identification using Thin Layer Chromatography, Spectrophotometer Fourier Transform Infrared (FTIR) and Kromatografi Gas-Mass Spectrometer.

The results showed that the product of synthesized result at various mole of NaOH catalyst obtained the different randemen. Variations 1, 2, 3 and 4, respectively, are found in 58.2; 59.2; 65 and 64.2%. Each variation of product results has similarities, ranging from physical properties with the yellow crystals with a melting point of 65-75 °C. Soluble product in ethanol and chloroform. In the chemical analysis when added to the NaOH base solution has changes color from yellow crystalline product into solution with orange color. The results of TLC on UV lamps are 366 nm show that on 1st spot with blue colour suspected the vanillin compound with R_f value of 0.54 and the 2nd spot with green color suspected as the target compound with R_f value of 0.58 to 0.6. The FTIR spectra of the product indicate the presence of -OH groups (3477 cm^{-1}) and (3180 cm^{-1}), -C=C aromatic (1511 and 1430 cm^{-1}), -C=O aldehydes (1668 cm^{-1}), -CH aldehyde (2861 cm^{-1}), and -COC (1267 cm^{-1}). The results of the KG-SM chromatogram obtained 2 peaks which are peaks of acetophenone with base peak m/z 105 and vanillin with base peak m/z 151.

الملخص

سريلستياني، أفتح. ٢٠١٨. مختلف مول محفز الصوديوم الهيدروكسيد على مستحضر الصناعية الذرية الكالكون من الفانيلين والأستوفينون باستخدام طريق طحن. دراسة نتائج البحث. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أحمد حنفي، الماجستير. المشرف الثاني: أمية الشريفة، الماجستير. المستشار: أحمد غنائم فشي، الماجستير.

الكلمات المفتاحية: كالكون، فانيلين، أستوفينون، تكثيف Claisen-Schmidt، مستحضر الأخضر.

مستحضر الصناعية التي تتوافق بمبادئ الكيمياء الخضراء مسمى بالمستحضر الأخضر، احدي منهم هو تقنية الانجراف التي تعطي وقتاً قصيراً نسبياً بجمال البيئة. هذا البحث لتجميع وتوصيف مستحضر الصناعية الذرية الكالكون من الفانيلين والأستوفينون من خلال تفاعل تكثيف Claisen-Schmidt باستخدام تقنية الانجراف باختلاف مول محفز الصوديوم الهيدروكسيد.

تهدف مستحضر الصناعية باستخدام طريق الانجراف الفانيلين، والأستوفينون، و الصوديوم الهيدروكسيد. تقنية الانجراف هي تقنية الإختلاط بطريق طحن المواد المتفاعلة والمحفز في المونة لمدة ٣٠ دقيقة بدرجة حرارة الغرفة. استخدام هذا البحث بالاختلاف مول محفز الصوديوم الهيدروكسيد من ٢,٥ ؛ ٥ ؛ ٧,٥ و ١٠ مول. قياس البلورات المستحضر من خلال نقاط انصهارها، وإجراء اختبار الكيمائية وتحديد استخدامها باستخدام تحليل كروماتوجرافي طبقة رقيقة، مقياس فورييه للتحويل بالأشعة تحت الحمراء FTIR وكروماتوجرافي للغاز الطيفي الجماهر.

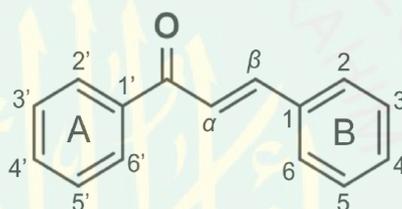
يظهر نتائج البحث، أن النتائج من المستحضر بمختلف الحصول عليها من الاختلاف الراند. اختلاف ١، ٢، ٣، ٤، في ترتيب مأخوذ من الراند يبلغ ٥٧,٢ %، ٥٩,٢ %، ٦٥ % و ٦٤,٢ %. كل مختلف من نتائج النتائج له أوجه تشابه، يقوم من الخصائص المادية للبلورات الصفراء بنقط انصهار من ٦٥-٧٥ مئوية. قابل للذوبان النتائج في الإيثانول والكلوروفورم. في الاختبار الكيمائية عند إضافتها إلى محلول قاعدة الصوديوم الهيدروكسيد، يتغير لون النتائج البلوري الأصفر إلى محلول بلون البرتقالي. نتائج TLC على مصباح الأشعة فوق البنفسجية ٣٦٦ نانومتر أنه في النقطة ١ الذي لونه الزرقاء أن يشتهه مع مركبات الفانيلين بقيم R_f ٠,٥٤، وبقعة ٢ لونه خضراء أن يشتهه مع مركبات الهدف بقيم R_f ٠,٥٧-٠,٦٠. يظهر أطياف FTIR للنتائج امتصاص مجموعة OH- (٣٤٧٧ سنتيمتر^{-١}) و C=C (١٥١١-١٤٣٠ سنتيمتر^{-١})، C=O- (١٦٦٨ سنتيمتر^{-١})، C-H (٢٨٦١ سنتيمتر^{-١})، و C-O-C (١٢٦٧ سنتيمتر^{-١}). حصلت نتائج كروماتوغرام GC-MS على ذروتين من ذروة أستوفينون مع ذروة قاعدة m/z ١٠٥ و فانيلين مع ذروة قاعدة m/z ١٥١.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kalkon merupakan golongan senyawa dari flavonoid (Sahu, dkk. 2012). Kalkon atau 1,3-diaril-2-propen-1-on adalah dua cincin aromatik atau cincin aromatik tersubstitusi yang digabungkan bersama tiga atom karbon meliputi α , β dan karbon karbonil (Aksoz dan Ertan, 2011). Struktur umum dari senyawa kalkon dapat dilihat pada gambar 1.1.



Gambar 1.1 Struktur Kalkon (Aksoz dan Ertan, 2011)

Struktur dari senyawa kalkon telah terbukti bermanfaat dalam pengembangan obat, sebab turunan dari senyawa kalkon menunjukkan adanya aktivitas biologis dan berpotensi dalam farmakologi seperti antiinflamasi, antioksidan, antimikroba, sitotoksik, antihistamin, antibisul, antiprotozoa, dan antikanker (Sahu, dkk. 2012). Azizah, dkk (2015) telah mensintesis 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dan menunjukkan bahwa senyawa tersebut memiliki aktivitas antioksidan yang lebih besar dibandingkan vanilin, dengan membandingkan nilai IC_{50} dari vanilin dan produk sintesis. Semakin kecil nilai IC_{50} suatu senyawa, maka semakin tinggi aktivitas antioksidannya. Vanilin memiliki nilai IC_{50} sebesar 14,053 mM, sedangkan produk sintesis memiliki nilai

IC₅₀ sebesar 0,179 mM. Dengan demikian dapat diketahui bahwa produk sintesis memiliki aktivitas antioksidan lebih besar dibandingkan dengan vanilin.

Metode yang paling sederhana untuk sintesis kalkon yaitu kondensasi Claisen-Schmidt dari aldehida aromatik tersubstitusi dengan turunan asetofenon (Shorey, dkk. 2013). Reaksi Claisen-Schmidt adalah reaksi kondensasi aldehida dan senyawa karbonil yang menghasilkan β -hidroksikarbonil, kemudian dehidrasi β -hidroksikarbonil menghasilkan senyawa α -alkilidena atau α -arilidena (Rahman, dkk. 2012). Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dapat berlangsung dengan adanya katalis NaOH (Asiri, dkk, 2014). Katalis tersebut berfungsi untuk mengambil H α , sehingga terbentuk karbanion atau ion enolat yang akan berkondensasi dengan suatu aldehida (Pranowo, dkk., 2010), (Azizah, 2015). Rahman, dkk., (2012) melakukan sintesis senyawa turunan kalkon dari sikloheksanon dan benzaldehida dengan variasi mol katalis NaOH, untuk mengetahui hasil randemen yang tertinggi. Hasil randemen yang diperoleh semakin meningkat ketika mol katalis semakin tinggi pula.

Sintesis senyawa kalkon dapat dilakukan dengan cara konvensional yaitu dengan merefluks campuran reaksi dalam suatu pelarut. Azizah (2015) telah mensintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin dan asetofenon dengan katalis basa NaOH 60%. Reaksi dilakukan menggunakan teknik refluks pada temperatur 70 °C selama 1,5 jam dalam pelarut etanol. Hasil yang diperoleh berupa padatan berwarna kuning dengan randemen 76,56%. Pelarut yang digunakan dalam reaksi organik kebanyakan beracun, mahal dan berbahaya bagi lingkungan (Dev dan Dhaneshwar, 2013).

Berdasarkan hal tersebut, maka perlu dilakukan pengembangan baru mengenai metode sintesis yang tidak berbahaya bagi lingkungan. Pengembangan baru mengenai metode sintesis merupakan salah satu hasil pikir yang dilakukan oleh manusia untuk menutupi kekurangan dalam metode sintesis sebelumnya. Hal ini telah disinggung dalam firman Allah SWT surah Ali ‘Imran (3) ayat 190.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ۝ ١٩٠

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.*” (Q.S. Ali ‘Imran: 190).

Al-Qurthubi (2008) menyatakan bahwa kata *لأُولِي الْأَلْبَابِ* berarti “*terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal*” dan inilah salah satu fungsi akal yang diberikan kepada seluruh manusia, yaitu dapat menggunakan akalnya untuk merenung tanda-tanda yang telah diberikan oleh Allah SWT. Menurut Shihab (2002) Orang yang berakal adalah orang-orang yang menggunakan akalnya untuk berpikir tajam dan mendalami pemahamannya. Sehingga Kasir (2000) menyatakan bahwa akal yang sempurna serta memiliki kecerdasan dapat mengetahui segala sesuatu sesuai dengan hakikatnya masing-masing secara jelas dan gamblang.

Salah satu penerapan akal yang sempurna untuk menutupi kekurangan pada metode sintesis sebelumnya, maka Rateb dan Zohdi (2009) menyatakan bahwa metode *Green Synthesis* merupakan sebuah perkembangan untuk mengurangi penggunaan bahan kimia, sehingga hal ini lebih ekonomis dan ramah lingkungan. Susanti, dkk (2014) menyatakan salah satu teknik yang digunakan

dalam *Green Synthesis* adalah teknik penggerusan. Teknik ini lebih efektif digunakan dalam sintesis karena waktu reaksi yang relatif singkat (5-30 menit), selain itu randemen yang dihasilkan baik, dan lebih ramah lingkungan karena mengurangi penggunaan pelarut dalam proses sintesis. Zangade, dkk (2011) berhasil mensintesis 94% randemen turunan senyawa kalkon dengan waktu penggerusan selama 5 menit dari 2-asetil-1-naftol dan benzaldehid tersubstitusi. Demikian juga dengan Rateb dan Zohdi (2009) melakukan sintesis turunan kalkon dengan menggunakan metode bebas pelarut dan menghasilkan randemen senyawa produk sebesar 96% dengan waktu penggerusan selama 10 menit.

Berdasarkan uraian tersebut, maka perlu dilakukan sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on, melalui sintesis reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin dan asetofenon dalam suasana basa NaOH seperti yang telah dilakukan oleh Azizah (2015), dengan variasi mol katalis NaOH menggunakan metode yang berbeda yaitu kondensasi Claisen-Schmidt teknik penggerusan untuk memperoleh randemen yang lebih besar dan ramah lingkungan. Hasil sintesis selanjutnya diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan KG-SM (Kromatografi Gas-Spektrofotometer Massa).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian dari latar belakang, maka diperoleh rumusan masalah yaitu:

1. Bagaimana hasil sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon dengan variasi mol katalis NaOH menggunakan teknik penggerusan?

2. Berapa mol optimum dari katalis NaOH pada sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon?

1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah, tujuan penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon dengan variasi mol katalis NaOH menggunakan teknik penggerusan.
2. Untuk mengetahui mol optimum dari katalis NaOH pada sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dilakukan dengan bahan dasar vanilin 2,5 mmol dan asetofenon 2,5 mmol dengan teknik penggerusan selama 30 menit.
2. Katalis yang digunakan adalah katalis basa berupa padatan NaOH dengan variasi mol 2,5; 5; 7,5; dan 10 mmol.
3. Hasil sintesis diuji fisik, meliputi bentuk, warna, titik leleh dan kelarutan.
4. Hasil sintesis diuji kimia dengan dilakukan penambahan NaOH dan HCl.
5. Hasil sintesis diidentifikasi menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT).
6. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dan KG-SM (Kromatografi Gas-Spektrofotometer Massa).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Vanilin

Allah SWT berfirman dalam Al- Qur'an surah Asy-Syu'ara' (26) ayat 7-8.

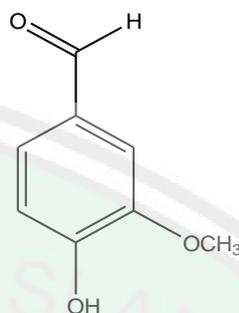
أَو لَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ۚ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً وَمَا كَانَ أَكْثَرُهُمْ مُؤْمِنِينَ ۝ ٨

Artinya: “Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat suatu tanda kekuasaan Allah. Dan kebanyakan mereka tidak beriman.” (Q.S. Asy-Syu'ara': 7-8).

Shihab (2003) menyatakan bahwa yang dimaksud dengan kata زَوْجٍ كَرِيمٍ surah Asy-Syu'ara' (26) adalah tumbuhan yang baik, yaitu tumbuhan yang bermanfaat. Salah satu tumbuhan yang termasuk dalam ayat tersebut adalah buah vanilla. Ekstrak buah vanilla mengandung senyawa vanilin atau 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehida (Handayani, 2011). Senyawa vanilin banyak dimanfaatkan sebagai bahan sintesis untuk dimodifikasi strukturnya.

Vanilin dengan rumus molekul $C_8H_8O_3$ merupakan senyawa organik yang terkandung dalam buah vanilla dan merupakan komponen utama hasil ekstraksi biji vanilla (Handayani, 2011). Vanilin berbentuk kristal berwarna putih yang memiliki berat molekul sebesar 152,15 g/mol, titik didih sebesar 285 °C, titik lebur sebesar 80 °C dan nilai pKa sebesar 7,781 (Kumar, dkk., 2012). Vanilin memiliki kelarutan yang cukup tinggi pada kloroform, asam asetat dan piridin,

sedangkan kelarutannya dalam air sebesar 1 g/100 mL pada suhu 25 °C (Mulyono, 2005). Struktur senyawa vanilin dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur senyawa vanilin (Kumar dkk., 2012)

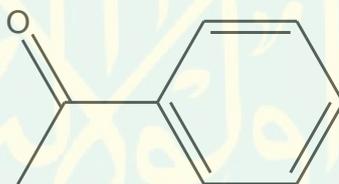
Vanilin memiliki gugus hidrofobik yang terdapat pada cincin aromatisnya dan gugus hidrofilik pada tiga gugus fungsi utama (Kumar, dkk., 2012), yaitu aldehida (-CHO), metoksi (-OCH₃) dan hidroksi (-OH) (Handayani, 2011). Dari ketiga gugus tersebut, gugus aldehida merupakan gugus yang paling reaktif karena pada gugusnya terdapat ikatan C=O yang memiliki kemampuan untuk menarik elektron yang cukup tinggi (Kumar, dkk., 2012). Dan ikatan C=O pada gugus aldehida ini dapat membentuk ikatan C=C dengan melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara gugus aldehida dengan keton yang memiliki H α (Handayani, dkk., 2011), (Ambo, 2012), (Azizah, 2015).

Handayani, dkk., (2013) menyatakan vanilin adalah turunan dari benzaldehid yang memiliki gugus hidroksi, serta berpotensi untuk dikembangkan sebagai senyawa antioksidan dan antikanker. Menurut Azizah, (2015) vanilin merupakan senyawa fenol dengan gugus aldehida yang tidak memiliki H α , sehingga untuk membentuk senyawa baru melalui kondensasi Claisen-Schmidt

diperlukan senyawa keton yang memiliki atom $H\alpha$, misalnya direaksikan dengan asetofenon yang mengandung gugus keton menjadi senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on.

2.2 Asetofenon

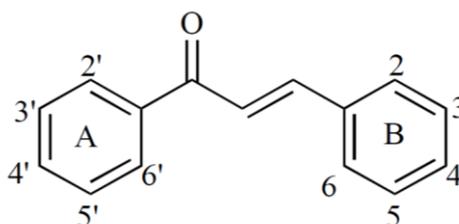
Asetofenon merupakan senyawa organik yang biasa digunakan untuk sintesis memiliki rumus struktur C_8H_8O . Asetofenon mempunyai wujud cair tak berwarna, dengan titik didih sebesar $202\text{ }^\circ\text{C}$, titik leleh sebesar $-45,7\text{ }^\circ\text{C}$ (Mulyono, 2006), dan nilai pK_a sebesar 19 (Sykes, 1989). Sumardjo, (2009) menyatakan bahwa asetofenon memiliki kelarutan terhadap pelarut organik, seperti kloroform, eter, alkohol, lemak dan gliserol.



Gambar 2.2 Struktur senyawa asetofenon (Mulyono, 2006)

2.3 Senyawa Kalkon

Senyawa kalkon atau 1,3-difenil-2-propen-1-on, dengan rumus molekul $C_{15}H_{12}O$ merupakan golongan flavonoid dengan cincin terbuka. Dua cincin aromatisnya dihubungkan oleh 3 atom karbon yang merupakan sistem karbonil α,β tak jenuh, seperti gambar 2.1 (Sahu, dkk., 2012).



Gambar 2.3 Struktur Kalkon

Senyawa kalkon memiliki gugus etilen keto (-CO-CH=CH-) yang reaktif, sehingga menyebabkan molekul kalkon mempunyai berbagai macam aktivitas biologi (Jayapal dan Sreedhar, 2010). Seperti antikanker (Champelovier, dkk., 2013), antiinflamasi, antioksidan (Bandgar, dkk., 2010), antimalaria (Sulistiyowaty, dkk., 2014), antituberkulosis (Hans, dkk., 2010). Hal tersebut dimungkinkan karena sejumlah substitusi dalam cincin aromatik yang secara farmakologis aktif, sehingga menyebabkan banyaknya aktivitas biologi yang muncul dari senyawa turunan kalkon (Ghosh dan Das, 2014). Senyawa kalkon dapat disintesis melalui kondensasi Claisen-Schmidt dari suatu aldehida dan keton aromatik menggunakan katalis basa atau asam yang diikuti oleh reaksi dehidrasi (Patil, dkk., 2009).

2.4 Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt

Kondensasi aldol merupakan reaksi penggabungan dari dua molekul kecil untuk membentuk satu molekul besar (Wade, 2005), serta melibatkan ion enolat dan gugus karbonil lainnya yang menghasilkan β -hidroksilkarbonil, kemudian mengalami dehidrasi (Silverstein, dkk., 2005). Miller dan Solomon, (1999) menyatakan reaksi kondensasi aldol tidak hanya terjadi pada dua senyawa karbonil sejenis, seperti aldehyd-aldehyd dan keton-keton. Namun, dapat terjadi

antara dua senyawa karbonil yang berbeda yaitu aldehid-keton dan disebut dengan kondensasi aldol silang. Reaksi yang melibatkan penggunaan senyawa aldehida aromatis dan senyawa alkil keton atau aril keton sebagai reaktannya dikenal sebagai reaksi Claisen-Schmidt. Rafiee dan Rahim, (2013) menyatakan bahwa reaksi Claisen-Schmidt terdiri dari dua atau lebih tahapan sintesis. Budimarwanti dan Handayani, (2010) menjelaskan reaksi tersebut melibatkan ion enolat dari senyawa keton sebagai nukleofil untuk menyerang karbon karbonil lain dari senyawa aldehida aromatis yang menghasilkan senyawa β -hidroksi keton, kemudian mengalami dehidrasi menghasilkan senyawa α,β -keton tak jenuh.

Asiri, dkk., (2014) menyatakan bahwa reaksi Claisen-Schmidt antara alkil keton dengan aldehida aromatis dilakukan dengan adanya natrium hidroksida berair. Budimarwanti dan Handayani, (2010) menyatakan sintesis senyawa melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt lebih efektif menggunakan katalis basa daripada katalis asam. Handayani, dkk., (2011) berhasil mensintesis suatu senyawa dari vanilin dan aseton menggunakan NaOH 0,02 mol menunjukkan rendemen 73,86%. Handayani, dkk., (2012) juga melaporkan bahwa sintesis 3,4-dimetoksibenzalaseton menggunakan katalis NaOH 0,0015 mol menghasilkan rendemen 30,36%.

Reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dapat dilakukan dengan beberapa teknik, Handayani, dkk., (2013) berhasil mensintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin (0,01 mol) dan aseton (0,005 mol) dengan penambahan basa NaOH berair, disertai pengadukan selama 3 jam pada kondisi di bawah temperatur ruang. Hasil yang diperoleh berupa padatan berwarna coklat senyawa target dengan

rendemen sebesar 9,50%. Asiri, dkk., (2014) telah melakukan sintesis senyawa 3,3-(1,4-fenilen)bis[1-(2,5-dimetil-3-tienil)prop-2-en-1-on] melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara 3-asetil-2,5-dimetiltiofen (0,029 mol) dan tereptalaldehida (0,014 mol) dalam suasana basa NaOH dengan pelarut etanol 95%, menggunakan teknik radiasi ultrasonik pada temperatur 30-35 °C selama 5 menit. Hasil sintesis berupa padatan senyawa target berwarna kuning tua dengan rendemen sebesar 75%. Azizah, (2015) juga melakukan sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara vanilin (0,0246 mol) dan asetofenon (0,0164 mol) dalam suasana basa NaOH 60% dengan pelarut etanol 96%, menggunakan teknik refluks pada temperatur 70 °C selama 1,5 jam. Hasil yang diperoleh adalah padatan senyawa target dengan rendemen sebesar 76,56%.

2.5 Metode *Green Synthesis* Menggunakan Teknik Penggerusan

Sintesis senyawa turunan kalkon menggunakan vanilin dan asetofenon sebagai reaktan dilakukan dengan metode *green synthesis*. Metode sintesis ini melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt bebas pelarut, yang merupakan suatu perkembangan baru yang ramah lingkungan. Salah satu teknik yang digunakan dalam metode *green synthesis* adalah teknik penggerusan (Susanti, dkk., 2014). Keunggulan dari teknik tersebut adalah mampu meminimalisir limbah dan mengurangi penggunaan pelarut (Fitri, 2013), hasil randemen yang didapatkan lebih banyak (Susanti, dkk., 2012) dan waktu reaksi yang digunakan lebih singkat pada suhu ruang (Jia, dkk., 2013).

Penelitian Rahman, dkk., (2012) berhasil mensintesis senyawa 1,5-difenilpenta-1,4-dien-3-on, yang berupa padatan berwarna kuning dengan rendemen sebesar 95%. Melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt antara aseton (10 mmol) dan benzaldehida (> 30 mmol) dalam suasana basa NaOH 10 mol%, menggunakan teknik penggerusan selama 5 menit. Fitriyani, (2015) juga berhasil melakukan sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon, dengan mereaksikan asetofenon dan vanilin, menggunakan katalis NaOH dan KOH. Melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan teknik penggerusan selama 1,5 jam. Hasil yang diperoleh berupa padatan senyawa target berwarna kuning, dengan titik leleh 182-184 °C dan rendemen terbesar diperoleh pada penggunaan katalis NaOH yaitu sebesar 78,9%.

Senyawa aldehida dan keton ketika direaksikan dengan NaOH akan berubah menjadi warna kuning yang menunjukkan pembentukan ion enolat. Setelah penggerusan selama 2-7 menit viskositas akan meningkat secara cepat dan membentuk padatan (Dev dan Dhaneshwar, 2013). Gao, (2014) menyatakan bahwa reaksi dalam kondisi bebas pelarut dapat mempercepat reaksi dan meningkatkan efisiensi, karena mampu membawa reaktan pada jarak yang cukup dekat untuk bereaksi. Tanaka dan Toda, (2002) juga menyatakan bahwa reaksi organik lebih efektif dan lebih selektif dalam wujud padatan dibandingkan dalam wujud larutan, serta mekanisme reaksi yang terjadi tidak ada perbedaan antara wujud padatan dan larutan.

2.6 Identifikasi Senyawa Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Prinsip dari Kromatografi Lapis Tipis adalah pemisahan suatu senyawa berdasarkan pada distribusi senyawa pada fase diam dan fase gerak. Fase diam

merupakan plat tipis yang dilapisi dengan alumunium oksida atau silika gel dan fase gerak adalah pelarut yang dipilih sesuai dengan sifat senyawa yang akan dipisahkan. Senyawa yang akan dipisahkan ditotolkan pada titik awal tepat dibagian bawah plat KLT, kemudian plat dikembangkan dalam ruang yang telah dijenuhkan dengan fase geraknya. Fase gerak akan membawa senyawa yang paling larut sampai ujung atas plat KLT, sedangkan yang kurang larut dalam fase gerak akan tertahan pada fase diam (Kumar, dkk., 2013). Bele dan Khale, (2011) menyatakan bahwa sebelum plat KLT digunakan harus diaktifkan terlebih dahulu dengan cara pemanasan dalam oven selama 30 menit pada suhu 110 °C.

KLT digunakan untuk memonitoring terbentuknya senyawa produk (Ilhamy, 2015), memantau berjalannya suatu reaksi, menentukan banyaknya komponen dalam campuran, menentukan efektifitas kemurnian dan mengidentifikasi suatu senyawa. Identifikasi senyawa dapat dilakukan dengan membandingkan nilai Rf yang dihasilkan dengan nilai Rf standar (Gandjar dan Rohman, 2007).

$$R_f = \frac{\text{jarak senyawa yang terelusi}}{\text{jarak pelarut yang mengelusi}} \dots \dots \dots (2.1)$$

Ilhamy, (2015) menyatakan apabila nilai Rf sama antara noda yang dihasilkan dengan reaktan, maka diasumsikan sebagai sisa reaktan, dan apabila nilai Rf yang dihasilkan berbeda dengan reaktan diduga sebagai senyawa produk. Karena pada identifikasi nilai Rf dikatakan memiliki karakteristik senyawa yang sama jika nilai Rf-nya sama, namun sebaliknya dikatakan senyawa berbeda jika nilai Rf-nya berbeda pula. Semakin besar nilai Rf dari sampel, maka semakin besar pula jarak

gerak senyawa tersebut pada plat KLT (Peter, 2010). Handayani, (2010) melakukan identifikasi menggunakan KLT pada senyawa 2,2"-dihidroksibenzalaseton dengan eluen campuran dari metanol:kloroform (1:9) dan diperoleh nilai Rf sebesar 0,36. Azizah, (2015) senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on terdiri dari reaktan vanilin dan asetofenon yang diidentifikasi menggunakan KLT dengan eluen kloroform dan diperoleh nilai Rf sebesar 0,5375.

2.7 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merupakan alat untuk mendeteksi gugus fungsional, mengidentifikasi senyawaan dan menganalisis campuran. Pita absorpsi yang dihasilkan spektrofotometer FTIR dalam suatu daerah yang disebut "sidik jari" spektrum. Suatu sampel dapat diketahui dalam spektrum FTIR dari letak pita serapan yang dikaitkan dengan adanya suatu gugus fungsional tertentu (Day dan Underwood, 1999).

FTIR merupakan suatu teknik yang berdasarkan pada interaksi antara radiasi IR dan sampel padat, cair atau gas. Ketika radiasi IR dilewatkan melalui sampel, kemudian beberapa radiasi inframerah akan diserap oleh sampel. Setiap gugus fungsional memiliki penyerapan radiasi pada frekuensi yang berbeda-beda dan konsentrasi dari senyawa dapat ditentukan berdasarkan intensitas penyerapan. Suatu spektrum yang dihasilkan merupakan penyerapan molekul dan menciptakan sidik jari molekul, tidak akan ada dua struktur molekul berbeda yang akan menghasilkan spektrum inframerah yang sama. Karena setiap molekul organik yang fungsional memiliki frekuensi vibrasi yang khusus (Chakraborty, 2016).

Penyerapan radiasi suatu senyawa pada gelombang inframerah sangat khas tergantung pada gugus fungsi yang terdapat pada suatu senyawa. Hasil analisis spektra FTIR senyawa vanilin diperoleh serapan pada bilangan gelombang 3180 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi gugus OH alkohol. Vibrasi ulur $\text{Csp}^3\text{-H}$ ditunjukkan pada bilangan gelombang 2946 cm^{-1} dan 3025 cm^{-1} untuk $\text{Csp}^2\text{-H}$. Pada daerah 1266 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan C-O-C eter, sedangkan pada daerah 1588 cm^{-1} dan 1456 cm^{-1} terdapat adanya serapan C=C aromatik. Serapan C=O aldehid terdapat pada 1665 cm^{-1} dan serapan C-H aldehid pada daerah 2744 cm^{-1} (Azizah, 2015). Sedangkan hasil analisa senyawa asetofenon diperoleh serapan pada bilangan gelombang 1688, 1682 dan 1599 cm^{-1} yang menunjukkan adanya C=O keton dialkil, dan serapan C=C aromatik pada daerah 1449 cm^{-1} (Suzana, dkk., 2014).

Azizah, (2015) melakukan karakterisasi senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on menggunakan spektrofotometer FTIR menunjukkan adanya serapan pada panjang gelombang 1654 cm^{-1} yang merupakan gugus keton C=O. Gugus alkohol -OH pada panjang gelombang 3420 cm^{-1} . Ikatan C=C aromatik muncul di beberapa panjang gelombang yaitu 1584 cm^{-1} dan 1421 cm^{-1} , Suzana, dkk., (2014) dan ikatan C=C olefenik pada panjang gelombang 1604 cm^{-1} .

2.8 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM

Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (KG-SM) merupakan gabungan dari dua teknis analisis yang berbeda. Kromatografi gas sebagai metode pemisahan dan spektrometri massa sebagai metode identifikasi (M, Sermakkani dan

Thangapandian, 2012). Pemisahan suatu senyawa dalam sampel berdasarkan volatilitas dengan mengalirkan gas inert (fase gerak) yang akan membawa sampel melalui fase diam di dalam kolom. Hussain dan Maqbool, (2014) menyatakan bahwa sampel yang keluar dari kolom KG akan terfragmentasi oleh ionisasi dan fragmennya diurutkan berdasarkan massa fragmen (m/z) untuk membentuk pola fragmentasi. Pola fragmentasi suatu komponen tertentu dari sampel merupakan karakteristik dari komponen tersebut. Hal ini yang sering disebut sebagai sidik jari molekul.

Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat diketahui dengan membandingkan luas senyawa dan jumlah luas sampel, kadar senyawa diberikan dalam bentuk presentase dengan persamaan 2.2 (Gandjar dan Rohman, 2012):

$$\text{Persen (\%)} \text{ Komponen} = \frac{\text{luas komponen}}{\text{jumlah luas semua sampel}} \times 100 \% \dots\dots\dots(2.2)$$

Spektra massa menunjukkan grafik perbandingan antara massa fragmen (m/z atau m/e) dengan kelimpahan relatif pada masing-masing fragmen tersebut berdasarkan kestabilannya. Kestabilan fragmen dipengaruhi oleh kemampuannya untuk beresonansi. Semakin stabil suatu fragmen maka kelimpahan relatifnya akan semakin tinggi (Supratman, 2010).

Azizah, (2015) menyatakan instrumentasi KG-MS digunakan sebagai pendukung karakterisasi struktur senyawa hasil sintesis. Banyaknya puncak yang muncul pada kromatogram menunjukkan banyaknya senyawa yang terkandung dalam produk hasil sintesis. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk hasil sintesis terbaik senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on sebesar 76,56%, dengan kemurnian sebesar 87,02%.

BAB III METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret – November 2018 di Laboratorium Organik dan Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi batang pengaduk, beaker glass 100 mL, bola hisap, corong gelas, desikator, gelas arloji, gelas pengembang, tabung reaksi, aluminium foil, labu takar 25 mL, mortar dan *pestle*, neraca analitik, pipa kapiler, pipet tetes, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 10 mL, spatula, MPA, KG-SM, spektrofotometer FTIR.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi akuades, asetofenon p.a, vanilin p.a, NaOH, HCl 2 M, KBr, n-heksana, etil asetat, kloroform, etanol dan plat KLT silika GF₂₅₄.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui pengujian eksperimental di laboratorium. Sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dilakukan dengan menggerus vanilin (2,5 mmol) dan asetofenon (2,5 mmol) selama 10 menit dalam suasana basa dengan penambahan katalis NaOH. Variasi mol NaOH

yang digunakan yaitu 2,5; 5; 7,5 dan 10 mmol. Selanjutnya dilakukan netralisasi dengan penambahan HCl 2 M serta diukur titik lelehnya. Identifikasi senyawa produk dilakukan menggunakan KLT serta dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-SM.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahap-tahap penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dengan variasi mol katalis NaOH.
2. Pengamatan sifat fisik dan uji kimia terhadap senyawa produk, identifikasi senyawa produk menggunakan KLT serta karakterisasi senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR dan KG-MS.
3. Analisis data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Sintesis Senyawa Turunan Kalkon dari Vanilin dan Asetofenon

Sebanyak 2,5 mmol (0,380 g) vanilin, 2,5 mmol (0,1 g) NaOH dan 2,5 mmol (0,3 mL) asetofenon digerus menggunakan mortar dan *pestle* selama 30 menit pada suhu ruang (29-30° C). Campuran didiamkan selama 1 jam. Padatan dilarutkan dalam akuades sampai larut sempurna yaitu terbentuk larutan homogen. Kemudian HCl 2 M ditambahkan sampai terbentuk kristal, penambahan HCl dihentikan jika larutan tidak terbentuk endapan dan didiamkan selama 24 jam. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam desikator serta ditimbang dengan neraca analitik hingga konstan. Apabila tidak terbentuk endapan maka

dilakukan ekstraksi cair-cair pada larutan hasil penambahan HCl, menggunakan pelarut kloroform. Selanjutnya diambil fasa kloroform dan diuapkan pelarutnya menggunakan gas N₂. Perlakuan yang sama dilakukan dengan variasi mol katalis NaOH yaitu 5; 7,5; 10 mmol.

3.5.2 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk

3.5.2.1 Pengamatan Sifat Fisik

Kristal hasil sintesis yang telah kering diamati sifat fisiknya meliputi massa, warna, wujud produk, titik leleh dan kelarutan. Titik leleh senyawa diamati dengan *Melting Point Aparatus* dan kelarutan senyawa produk diuji menggunakan pelarut air, etanol dan kloroform. Hasil pengamatan dicatat.

3.5.2.2 Pengamatan Sifat Kimia

Kristal hasil sintesis dilakukan uji kimia yaitu secuplik kristal senyawa produk ditetesi larutan NaOH 2 M, kemudian ditetsi larutan HCl 2 M. Hasil positif adanya senyawa target yaitu dihasilkan larutan berwarna merah ketika ditambahkan basa dan larutan berwarna kuning ketika ditambahkan asam.

3.5.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA, KLTP dan KLT 2D

Plat KLT silika GF₂₅₄ ukuran 6 x 10 cm dipanaskan dalam oven pada suhu 100 °C selama 20 menit. Selanjutnya kristal hasil sintesis sebanyak 10 mg dilarutkan dalam 0,2 mL kloroform hingga larut sempurna dan ditotolkan pada plat KLT dengan jarak 1 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler sebanyak 3 totolan. Reaktan diberi perlakuan yang sama sebagai senyawa pembanding. Kemudian plat dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisikan eluen berupa kloroform:n-heksana:etil asetat (1:1:1). Selanjutnya plat KLTA diangkat dan dikeringkan, lalu disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 366

nm. Diamati dan dibandingkan noda yang terbentuk dari masing-masing totalan. Dihitung nilai R_f menggunakan persamaan 3.1:

$$\text{Nilai } R_f = \frac{\text{jarak yang ditempuh senyawa}}{\text{jarak yang ditempuh eluen}} \dots\dots\dots (3.1)$$

Selanjutnya dilakukan pemisahan KLTP digunakan plat silika GF₂₅₄ dengan ukuran 10 x 10 cm. Hasil produk sintesis dilarutkan dalam kloroform, kemudian ditotolkan sebanyak ± 10 totalan sepanjang plat pada jarak 1 cm dari tepi bawah dengan menggunakan pipa kapiler. Kemudian dielusi dengan menggunakan eluen yang sama dengan KLTA. Noda yang diduga senyawa target dikerok kemudian dilarutkan dalam pelarut kloroform, kemudian disentrifugasi untuk mengendapkan silikanya dan didiamkan untuk menguapkan pelarut kloroform. Selanjutnya hasil prodak yang sudah kering diuji lanjut menggunakan spektrofotometer FTIR.

Kemudian dilakukan KLT 2D dengan menggunakan dua campuran eluen yaitu kloroform:n-heksana:etil asetat (1:1:1) dan kloroform:etil asetat (9:1). Pada pemisahan KLT 2D digunakan plat silika GF₂₅₄ dengan ukuran 10 x 10 cm. Hasil sintesis yang diperoleh ditotolkan pada jarak 1 cm dari tepi bawah dan 1 cm dari garis tepi samping kiri, lalu dielusi dengan fase gerak yang pertama sehingga campuran terpisah menurut jalur yang sejajar dengan garis tepi kiri. Plat silika diangkat dari *chamber* dan dikeringkan, diputar 90° dan diletakkan dalam *chamber* yang berisi fase gerak kedua. Sehingga noda yang terpisah pada proses elusi pertama terletak dibagian bawah plat, lalu dielusi kembali. Apabila sudah terdapat satu noda maka diduga senyawa target telah murni.

3.5.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Identifikasi gugus fungsi senyawa hasil sintesis dan hasil KLTP dilakukan dengan spektrofotometer FTIR Varian tipe FT 1000. Kristal senyawa target sebanyak 2 mg dicampurkan dengan KBr (100 mg) lalu digerus dalam *mortar agate*. Selanjutnya campuran dipress dan dibentuk pelet, kemudian pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan dibuat spektrum IR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Hasil spektra IR senyawa target dibandingkan dengan spektra IR vanilin dan asetofenon.

3.5.6 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM

Sebanyak 30 mg senyawa produk dilarutkan dalam 1 mL kloroform. Kemudian 1 μL larutan senyawa diinjeksikan menggunakan *syringe* ke dalam instrumen KG-MS VARIAN CP 3800-SATURN 2200.

Jenis kolom	: Agilent J&W VF-5ms
Panjang kolom	: 30 meter
Detektor KG	: CP 3800
Detektor SM	: Saturn 2200
Oven	: Temperatur terprogram (80 °C selama 5 menit; 80 °C → 330 °C selama 38 menit dengan kenaikan 5 °C/menit; 330 °C dengan 30 menit)
Temperatur injektor	: 300 °C
Tekanan gas	: 16,5 kPa
Kecepatan alir gas	: 1 mL/menit
Gas pembawa	: Helium

Selanjutnya, diamati hasil kromatogram dan spektra massa senyawa target yang diperoleh.

BAB IV

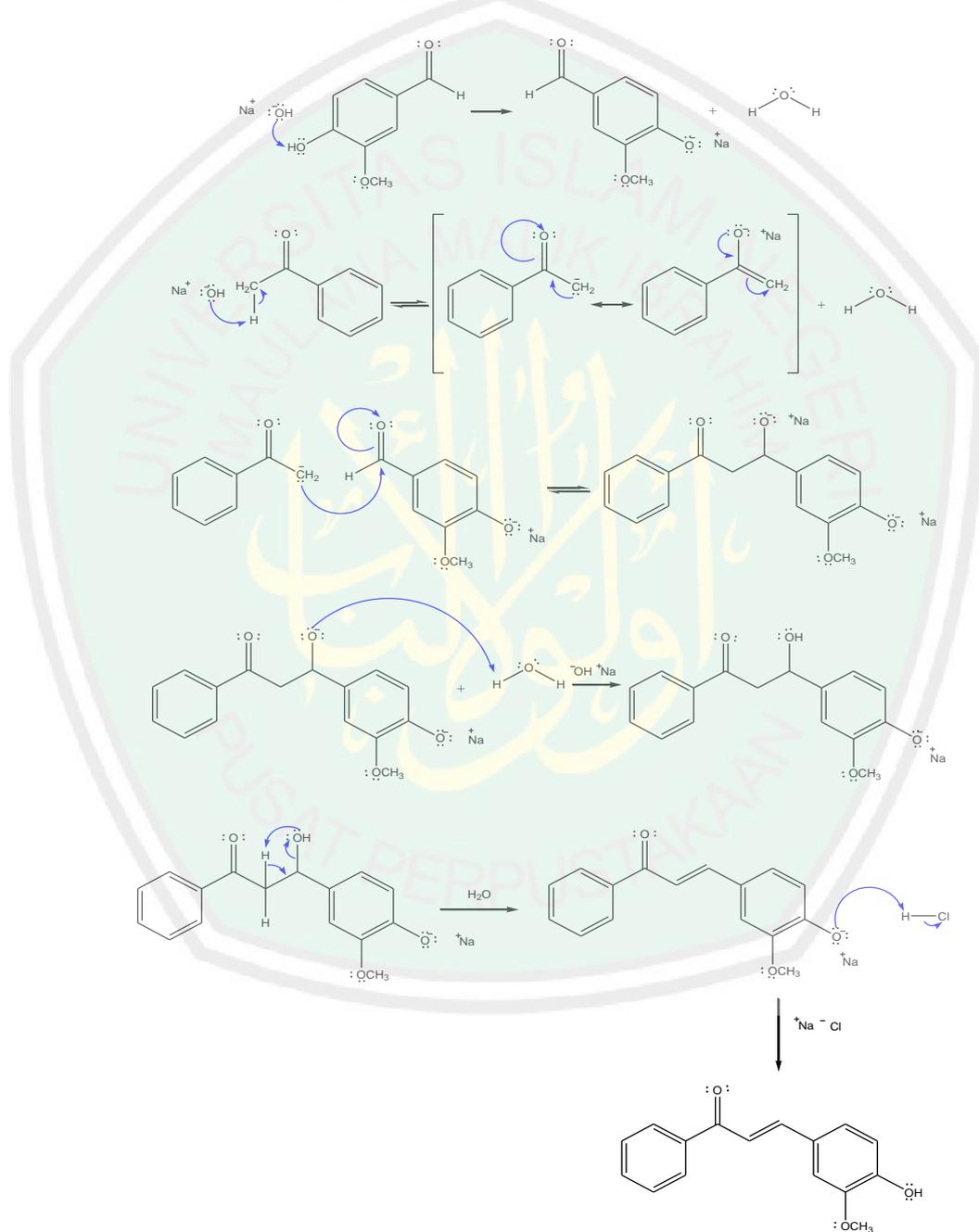
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on

Sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dilakukan melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dengan menggerus vanilin, asetofenon dan NaOH selama 30 menit pada suhu ruang. Variasi mol NaOH yang digunakan yaitu 2,5; 5; 7,5; dan 10 mmol, secara berurutan disebut variasi 1, 2, 3 dan 4. Pranowo, dkk., (2010) menyatakan bahwa pada reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dapat berjalan dengan baik karena adanya konsentrasi NaOH yang tepat, sehingga produk yang dihasilkan juga semakin banyak. Padatan NaOH berfungsi sebagai katalis yang berperan dalam pembentukan ion enolat, dengan mengambil H α dari asetofenon. Ion enolat berfungsi sebagai nukleofil yang akan menyerang C karbonil dari vanilin, sehingga terjadi kondensasi antara asetofenon dengan vanilin menghasilkan β -hidroksi keton dan kemudian mengalami dehidrasi membentuk produk α,β -hidroksi keton tak jenuh atau kalkon.

Reaksi antara vanilin, asetofenon dan NaOH menghasilkan garam produk yang berwarna oranye. Garam produk yang berwarna oranye disebabkan oleh panjangnya ikatan konjugasi pada struktur produk. Terbentuknya produk berupa garam adalah akibat dari katalis NaOH yang lebih dulu bereaksi dengan yang lebih asam yaitu vanilin. Karena nilai pKa vanilin lebih kecil 7,781 dibandingkan dengan nilai pKa asetofenon yaitu 19. Selanjutnya NaOH sisa akan menyerang asetofenon untuk membentuk anion enolat. Dengan demikian, garam produk dapat terbentuk dalam reaksi pembentukan senyawa kalkon. Selanjutnya,

penambahan air pada garam hasil sintesis bertujuan untuk melarutkan, sehingga menghasilkan larutan berwarna oranye. Kemudian dilanjutkan dengan reaksi penetralan terhadap garam produk dengan menambahkan HCl. Ion H^+ akan menggantikan posisi Na^+ pada garam produk, sehingga terbentuk senyawa target. Mekanisme reaksi disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Mekanisme Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt antara Vanilin, Asetofenon dan NaOH

Penambahan HCl pada larutan garam produk tidak menghasilkan endapan kristal senyawa produk, hanya menghasilkan larutan berwarna kuning susu. Tidak terbentuknya padatan kristal diakibatkan karena sedikitnya senyawa target yang terdapat dalam produk. Sehingga dilakukan ekstraksi cai-cair dengan pelarut kloroform, karena senyawa produk larut dalam kloroform. Fase kloroform diambil dan diuapkan dengan gas N₂, sehingga diperoleh padatan kristal berwarna kuning pada erlenmeyer. Randemen produk hasil sintesis disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Randemen Produk Hasil Sintesis

No.	Variasi mol NaOH	Randemen (%)
1	Variasi 1	58,2
2	Variasi 2	59,2
3	Variasi 3	65
4	Variasi 4	64,2

Variasi konsentrasi katalis NaOH berpengaruh terhadap hasil randemen senyawa produk. Karena fungsi katalis dapat mempercepat reaksi, dengan menurunkan energi aktivasi suatu reaksi maka pada suhu yang sama reaksi dapat berlangsung lebih cepat. Sehingga kesetimbangan cepat tercapai pada titik optimum dan akan mengakibatkan penurunan hasil produk setelah melewati keadaan optimumnya. Titik optimum pada berbagai variasi konsentrasi katalis NaOH ditunjukkan pada variasi 3 (7,5 mmol) dengan diketahui hasil randemen yang tertinggi. Pertiwi, dkk., (2015) menyatakan bahwa hal tersebut disebabkan karena reaksi berjalan reversibel, dimana setelah kesetimbangan optimum reaksi akan berbalik.

Variasi mol NaOH dilakukan untuk mengetahui perbandingan mol katalis yang terbaik dalam menghasilkan senyawa target, karena setiap reaksi mempunyai kondisi dan ketetapan masing-masing. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surah Al-Furqon (25) ayat 2.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَآ يَتَّخِذُ وَلَدًا وَمَآ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ
فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ۚ

Artinya: “Yang kepunyaan-NYA-lah kerajaan langit dan bumi, dan DIA tidak mempunyai anak, dan tidak ada sesuatu bagi-NYA dalam kekuasaan (NYA), dan DIA telah menciptakan segala sesuatu, dan DIA menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.” (Q.S. Al-Furqon: 2).

Shihab (2002) menyatakan bahwa kata *فَقَدَرَهُ* memiliki arti kadar tertentu yang tidak dapat bertambah atau berkurang. Sedangkan kata *تَقْدِيرًا* mempunyai arti bahwa segala ciptaan-NYA tidak ada yang bernilai sia-sia, sebab semuanya memiliki potensi sesuai dengan kadar yang cukup. Sehingga Al-Jazairi (2008) menyatakan bahwa kata *فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا* berarti segala sesuatu telah ditetapkan sesuai kadar yang dibutuhkan dengan tanpa adanya cela atau kebengkokan di dalamnya, tidak perlu ada penambahan atau pengurangan walaupun dengan alasan untuk suatu hikmah atau demi kemaslahatan manusia.

Sebagaimana yang sudah dijelaskan pada ayat diatas bahwa segala sesuatunya sudah ditentukan dengan sangat rapi oleh Allah SWT sesuai dengan ukuran yang dibutuhkan. Begitu pula dalam konsep sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dengan variasi katalis, diperlukan

untuk memperhatikan ukuran konsentrasi katalis, supaya mendapatkan hasil sintesis senyawa produk yang baik. Sebab menurut Katsir (2007) bahwa Allah SWT menetapkan suatu ukuran dan memberikan petunjuk terhadap semua makhluk-NYA terhadap ketetapan tersebut. Dengan demikian dilakukanlah sintesis dengan variasi katalis untuk mengetahui ketetapan konsentrasi katalis yang sudah ditentukan tersebut.

4.2 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk

4.2.1 Pengamatan Sifat Fisik

Pengamatan sifat fisik pada senyawa produk meliputi, massa, bentuk, warna, titik leleh, serta kelarutan dalam air, etanol dan kloroform. Hasil data disajikan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Sifat Fisik Senyawa Produk

No	Sampel	Massa	Bentuk	Warna	Tl (°C)	Kelarutan		
						Air	Etanol	Kloro-form
1	Vanilin	-	Serbuk	Putih	74-80	L	L	L
2	Variasi 1	0,3757	Kristal	Putih kemerahan	68-73	TL	L	L
3	Variasi 2	0,3821	Kristal	Kuning	65-72	TL	L	L
4	Variasi 3	0,4193	Kristal	Kuning	69-75	TL	L	L
5	Variasi 4	0,4146	Kristal	Kuning	69-74	TL	L	L

Keterangan:

L: Larut

TL: Tidak Larut

Berdasarkan data pada Tabel 4.2 diketahui bahwa produk hasil sintesis memiliki sifat fisika yang berbeda dengan vanilin, dilihat dari segi bentuk dan

warna. Produk variasi 2, 3 dan 4 memiliki warna yang berbeda dengan vanilin, namun pada variasi 1 memiliki warna yang hampir mirip dengan vanilin. Sehingga diduga bahwa senyawa target yang terbentuk pada variasi 1 sangat sedikit. Kemudian ditinjau dari hasil titik leleh yang diperoleh dari keempat variasi memiliki kemiripan. Hal tersebut diduga bahwa kemurnian senyawa target yang rendah dan diperkuat dengan hasil KLTA yang menunjukkan bahwa senyawa target terbentuk sedikit dalam setiap variasi. Selanjutnya ditinjau berdasarkan kelarutan, produk dan vanilin larut sempurna dalam etanol dan kloroform. Namun, produk tidak larut dalam air dan vanilin larut dalam air. Hal tersebut dikarenakan adanya perbedaan struktur antara produk dengan vanilin. Produk memiliki rantai hidrokarbon yang lebih panjang dibandingkan dengan vanilin. Rantai hidrokarbon memiliki sifat hidrofobik, sehingga produk tidak larut dalam air.

4.2.2 Pengamatan Uji Kimia

Pengamatan uji kimia pada senyawa produk meliputi uji basa dan asam. Hasil data yang diperoleh dari reaktan dan keempat senyawa produk disajikan pada Tabel 4.3 dan Gambar 4.2.

Tabel 4.3 Hasil Uji Kimia Reaktan dan Produk

No.	Sampel	→ + NaOH	→ + HCl	→ + NaOH
1	Vanilin	Kuning	Bening	Kuning
2	Asetofenon	Bening	Bening	Bening
3	Variasi 1	Oranye	Bening	Oranye
4	Variasi 2	Oranye	Kuning	Oranye
5	Variasi 3	Oranye	Kuning	Oranye
6	Variasi 4	Oranye	Kuning	Oranye



(a)



(b)

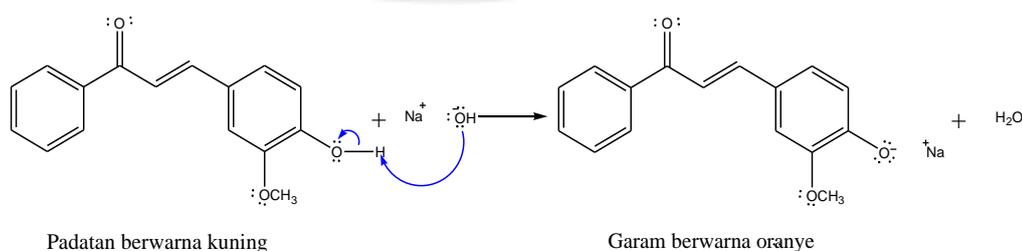


(c)

Gambar 4.2 Hasil Uji Kimia

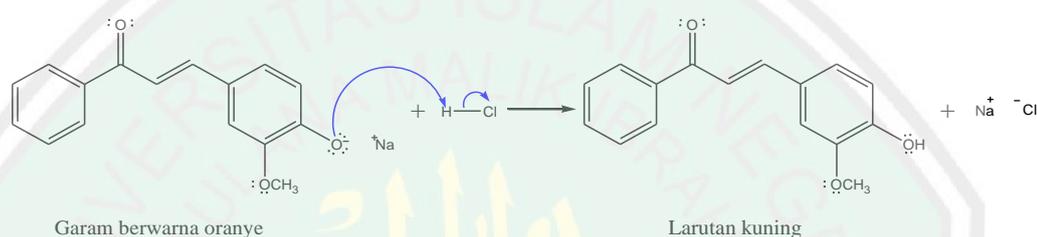
Keterangan: (a) Produk + NaOH
 (b) Produk + NaOH + HCl
 (c) Produk + NaOH + HCl + NaOH

Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa uji kimia terhadap reaktan dan produk memberikan hasil yang berbeda. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya perbedaan struktur antara reaktan dengan produk. Reaktan ketika ditambahkan basa NaOH dihasilkan warna kuning pada vanilin dan bening pada asetofenon. Sedangkan pada produk ketika ditambahkan basa NaOH dihasilkan warna oranye. Perubahan warna oranye mengindikasikan bahwa produk telah terbentuk, warna oranye merupakan perubahan produk menjadi garam produk. Seperti reaksi awal setelah proses penggerusan, reaksi perubahan produk menjadi garam produk disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Reaksi Pembentukan Garam pada Produk

Asam HCl ditambahkan terhadap reaktan dan produk setelah penambahan basa NaOH, pada reaktan didapatkan warna bening. Pada produk variasi 2, 3 dan 4 didapatkan warna kuning. Namun pada variasi 1 didapatkan warna bening, hal ini diduga bahwa produk yang terbentuk hanya sedikit sekali. Sehingga perubahan warnanya sama dengan vanilin. Perubahan warna yang terjadi merupakan kembalinya senyawa target setelah mengalami perubahan menjadi garam produk, reaksi yang terjadi disajikan pada Gambar 4.4.

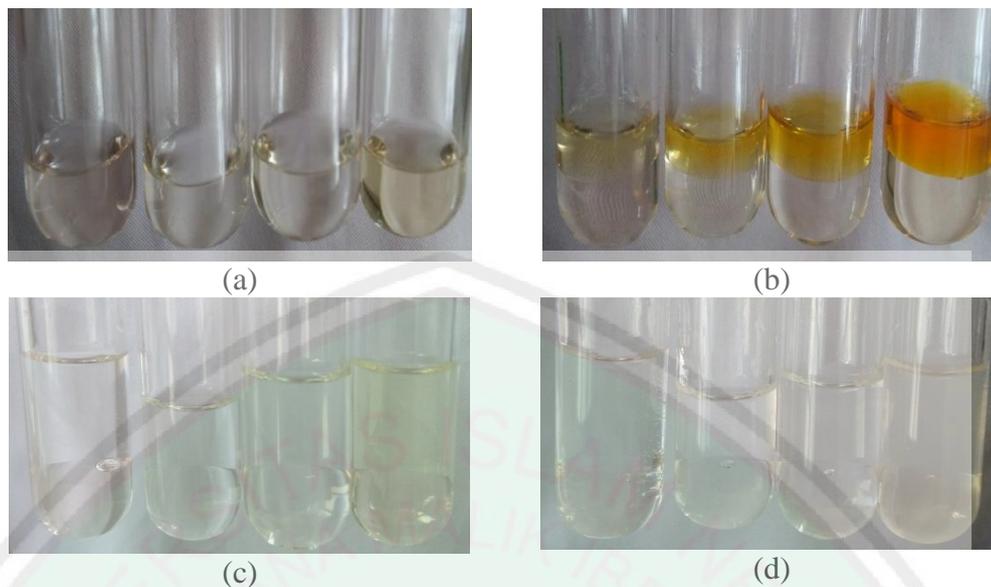


Gambar 4.4 Reaksi Kembali Pembentukan Senyawa Target

Setelah itu, penambahan basa NaOH lagi dan mendapatkan hasil yang sama seperti penambahan basa NaOH diawal. Hal ini menunjukkan pada uji kimia terdapat reaksi kesetimbangan antara senyawa target dengan garam produk dan menunjukkan bahwa senyawa target sudah terbentuk.

Tabel 4.4 Hasil Uji Kimia Produk dalam Pelarut Kloroform

No.	Sampel	+ Kloroform (a)	+ NaOH (b)	+ HCl (c)
1	Variasi 1	Larut	2 Fase	2 Fase
			Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	Fase 1 Bening Fase 2 Kuning
2	Variasi 2	Larut	2 Fase	2 Fase
			Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	Fase 1 Bening Fase 2 Kuning
3	Variasi 3	Larut	2 Fase	2 Fase
			Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	Fase 1 Bening Fase 2 Kuning
4	Variasi 4	Larut	2 Fase	2 Fase
			Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	Fase 1 Bening Fase 2 Kuning



Gambar 4.5 Hasil Uji Basa dalam Kloroform

Keterangan: (a) Produk + Kloroform
 (b) Produk + Kloroform + NaOH
 (c) Produk + Kloroform + NaOH + HCl
 (d) Produk hasil c setelah pengocokan

Tabel 4.4 dan Gambar 4.5 dilakukan uji basa pada produk yang dilarutkan terlebih dahulu dalam kloroform. Hasil dari perlakuan diketahui bahwa produk larut dalam kloroform dan didapatkan larutan berwarna kuning (gambar a). Kemudian ketika ditambahkan larutan NaOH terbentuk 2 lapisan, yaitu lapisan atas berwarna oranye dan lapisan bawah didapatkan larutan berwarna bening (gambar b). Hal tersebut terjadi akibat adanya perbedaan berat jenis pada kedua fase. Lapisan berwarna oranye merupakan senyawa target yang bereaksi dengan NaOH membentuk garam produk, sedangkan lapisan bening adalah kloroform karena memiliki berat jenis yang lebih besar dibandingkan air. Setelah itu, ditambahkan larutan HCl dan didapatkan larutan berwarna kuning pada fase atas (garam produk) (gambar c), hal tersebut terjadi karena adanya reaksi garam produk membentuk produk, reaksi yang terjadi sama seperti ketika pembentukan

senyawa produk. Setelah dihomogenkan larutan kuning berpindah pada fase bawah (kloroform) (gambar d). Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa target larut dalam kloroform. Perlakuan tersebut sama dengan ketika proses ekstraksi cair-cair untuk mendapatkan senyawa target. Kemudian dilanjutkan uji basa pada produk yang dilarutkan dalam air. Hasilnya disajikan pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.6.

Tabel 4.5 Hasil Uji Kimia Produk dalam Pelarut Air

No.	Sampel	→ + Air (a)	→ + Kloroform (b)	→ + NaOH (c)	→ + HCl (d)
1	Variasi 1	Tidak Larut	Larut	2 Fase Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	2 Fase Fase 1 Bening Fase 2 Kuning
2	Variasi 2	Tidak Larut	Larut	2 Fase Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	2 Fase Fase 1 Bening Fase 2 Kuning
3	Variasi 3	Tidak Larut	Larut	2 Fase Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	2 Fase Fase 1 Bening Fase 2 Kuning
4	Variasi 4	Tidak Larut	Larut	2 Fase Fase 1 Oranye Fase 2 Bening	2 Fase Fase 1 Bening Fase 2 Kuning



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

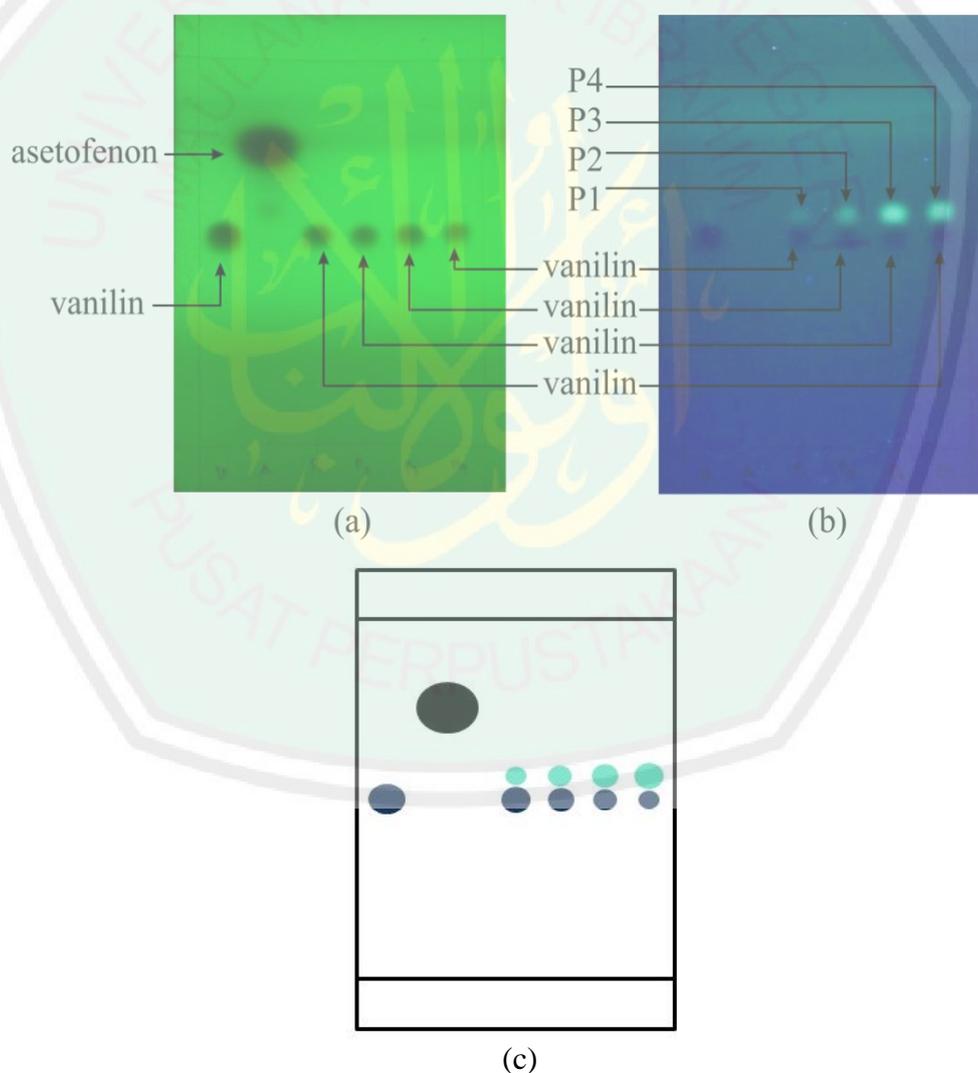
Gambar 4.6 Hasil Uji Basa dalam Air

- Keterangan:
- (a) Produk + Air
 - (b) Produk + Air + Kloroform
 - (c) Produk + Air + Kloroform + NaOH
 - (d) Produk + Air + Kloroform + NaOH + HCl
 - (e) Produk hasil d setelah pengocokan

Hasil dari uji basa pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa produk hasil sintesis tidak larut dalam air (gambar a), hal tersebut sesuai dengan hasil uji fisika kelarutan. Kemudian ketika ditambahkan kloroform, produk secara spontan larut dalam kloroform dan terbentuk 2 lapisan (fase) (gambar b). Lapisan atas adalah air dan lapisan bawah adalah kloroform. Selanjutnya ditambahkan larutan NaOH, mendapatkan larutan berwarna oranye pada fase atas dan larutan bening pada fase bawah (gambar c). Terbentuknya warna oranye pada fase atas diduga bahwa produk hasil sintesis bereaksi dengan NaOH membentuk garam produk. Sebab setelah ditambahkan HCl, larutan warna oranye berubah menjadi larutan berwarna kuning yang menunjukkan terbentuknya produk (gambar c). Kemudian dihomogenkan dan didapatkan larutan kuning pada fase bawah (gambar d). Hal tersebut sesuai dengan proses ketika sintesis senyawa produk, dimana produk larut dalam kloroform ketika ekstraksi cair-cair. Dengan demikian dari berbagai hasil uji basa dapat dikatakan bahwa senyawa target telah terbentuk pada hasil sintesis.

4.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLTA, KLTP dan KLT 2D

Senyawa produk hasil sintesis diidentifikasi menggunakan KLTA, dengan campuran eluen kloroform:n-heksana:etil asetat (1:1:1). KLTA berfungsi untuk mengetahui senyawa target yang terbentuk dalam produk hasil sintesis. Identifikasi dilakukan dengan membandingkan nilai Rf dan warna yang dihasilkan dari setiap spot. Nilai Rf dan warna yang berbeda dari reaktan diduga sebagai senyawa target. Hasil KLTA dari reaktan dan senyawa produk disajikan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Hasil KLTA pada Panjang Gelombang (a) 254 nm, (b) 366 nm, dan (c) Animasi Hasil KLTA

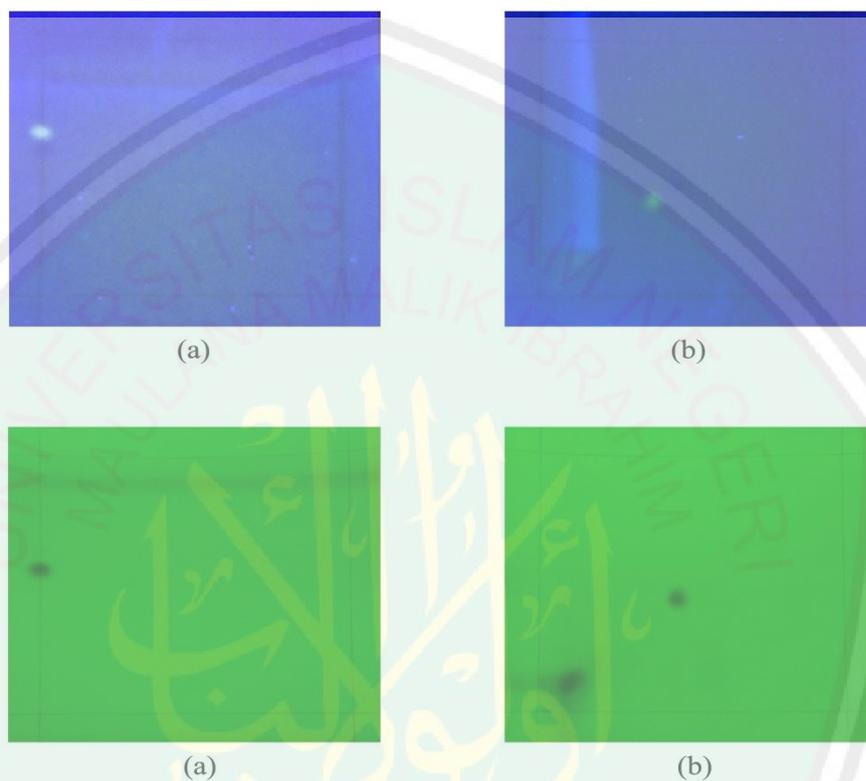
Tabel 4.6 Nilai Rf Hasil Identifikasi KLT

No.	Sampel	Rf		Lampu UV 366 nm	
		Spot 1	Spot 2	Spot 1	Spot 2
1	Vanilin	0,54	-	Biru Gelap	-
2	Asetofenon	0,77	-	-	-
3	Variasi 1	0,54	0,58	Biru Gelap	Hijau
4	Variasi 2	0,54	0,59	Biru Gelap	Hijau
5	Variasi 3	0,54	0,6	Biru Gelap	Hijau
6	Variasi 4	0,54	0,6	Biru Gelap	Hijau

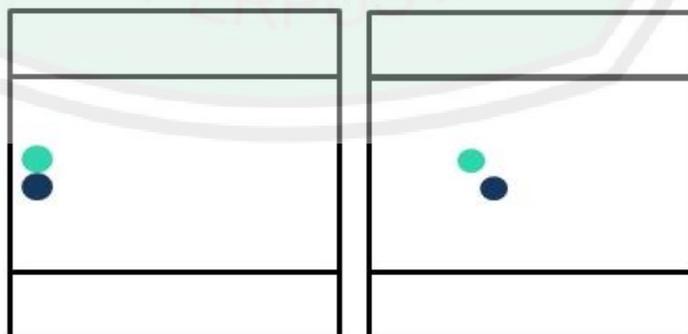
Berdasarkan Tabel 4.6 diketahui bahwa pada spot 1 nilai Rf dan warna yang dihasilkan berada pada daerah yang sama dengan reaktan (vanilin), sehingga spot 1 diasumsikan sebagai senyawa vanilin sisa dalam reaksi pembentukan senyawa target. Sedangkan pada spot 2 nilai Rf dan warna yang dihasilkan berbeda dengan reaktan. Sehingga diduga bahwa pada senyawa produk yang menghasilkan 2 spot menunjukkan adanya senyawa target. Menurut Azizah, dkk (2015) warna hijau pada plat KLT mengindikasikan terbentuknya senyawa target. Dengan demikian dapat diketahui bahwa adanya senyawa target terbentuk pada semua variasi.

Produk hasil sintesis kemudian diidentifikasi menggunakan KLT 2D untuk meyakinkan bahwa senyawa target yang terlihat dalam hasil KLTA sudah murni terpisah dari reaktannya. KLT 2D menggunakan dua eluen yang berbeda, pertama eluen campuran dari kloroform:n-heksana:etil asetat (1:1:1) dan yang kedua dari kloroform:etil asetat (9:1). Hasil KLT 2D dari produk disajikan pada Gambar 4.8. Berdasarkan Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa senyawa target telah murni terpisah dari reaktannya. Hal tersebut karena pada elusi kedua, spot yang dihasilkan hanya satu yaitu senyawa target. Dengan demikian senyawa target yang tampak pada hasil KLTA merupakan senyawa target murni yang telah

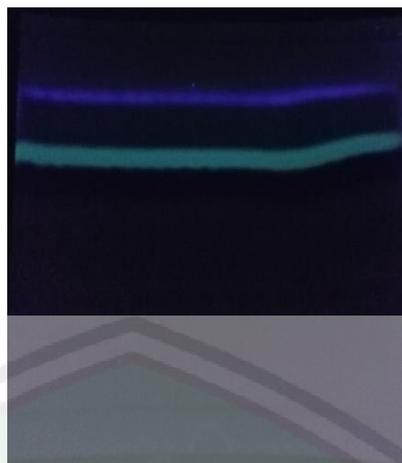
terpisah dari reaktannya. Sehingga dapat dilanjutkan ketahap selanjutnya, yaitu KLTP untuk uji kemurnian senyawa produk dengan menggunakan eluen yang sama seperti perlakuan KLTA. Hasil dari KLTP disajikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.8 Hasil KLT 2D pada Panjang Gelombang 254 nm dan 366 nm (a) Eluen Pertama, (b) Eluen Kedua, (c) Animasi KLT 2D



Gambar 4.9 Animasi Hasil KLT 2D



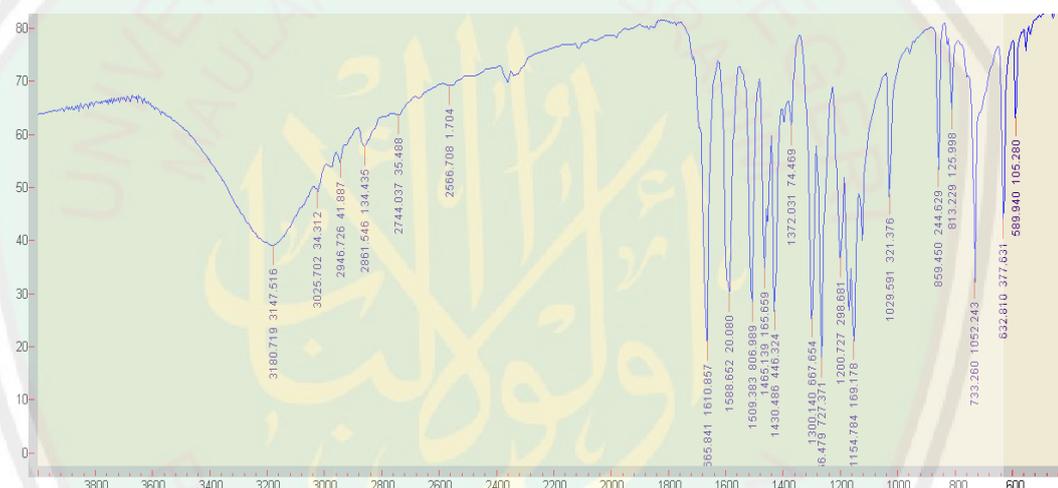
Gambar 4.10 Hasil KLTP pada Panjang Gelombang 366 nm

Berdasarkan Gambar 4.10 senyawa target tampak terpisah dari reaktanya dengan baik. Karena warna hijau pada lampu UV 366 nm menunjukkan terbentuknya senyawa target. Hal tersebut dinyatakan juga oleh Azizah (2015) bahwa warna hijau pada plat silika hasil KLT yang tampak dalam lampu UV 366 nm mengindikasikan terbentuknya senyawa target. Kemudian warna hijau pada plat KLTP dikerok dan disentrifus dengan pelarut kloroform untuk mengendapkan plat silika, sehingga senyawa target dapat terpisah dari plat silika. Setelah itu, hasil dari KLTP diuapkan dan dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR.

4.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi senyawa produk menggunakan spektrofotometer FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada hasil sintesis dan vanilin sebagai pembandingnya. Spektrum hasil FTIR senyawa vanilin disajikan pada Gambar 4.11. Berdasarkan Gambar 4.11 spektra FTIR senyawa vanilin menunjukkan adanya serapan gugus -O-H dengan profil spektra yang melebar

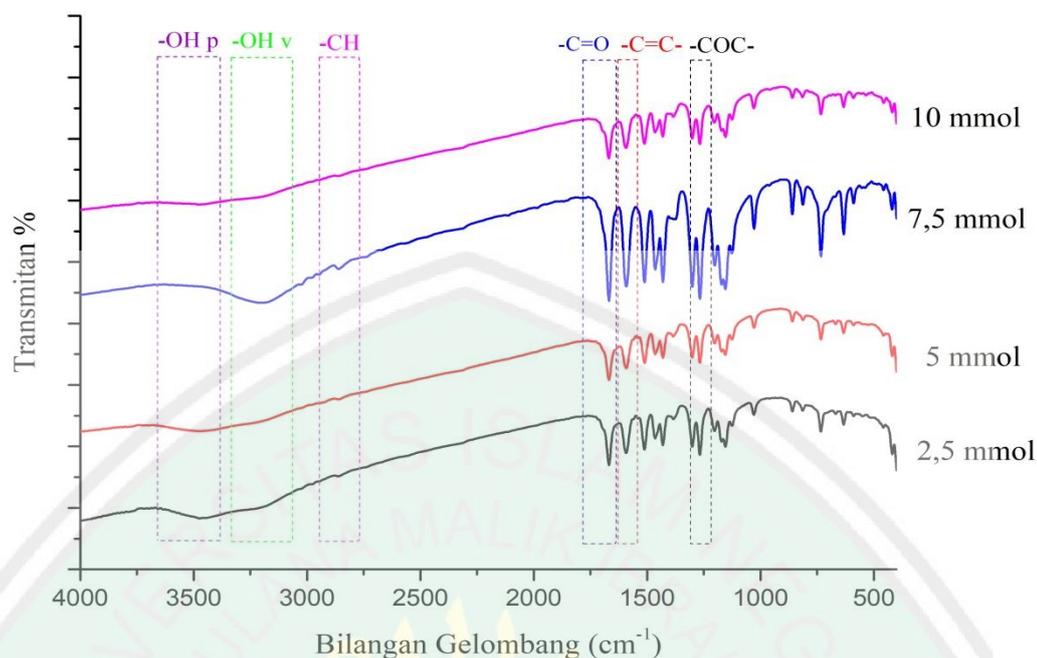
pada bilangan gelombang 3180 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 3025 cm^{-1} muncul serapan gugus $\text{-Csp}^2\text{-H}$. Serapan gugus $\text{-Csp}^3\text{-H}$ dari metoksi muncul pada bilangan gelombang 2946 cm^{-1} . Kemudian muncul serapan gugus -C-H aldehida pada bilangan gelombang 2744 cm^{-1} dan 2861 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1665 cm^{-1} muncul serapan gugus -C=O aldehida. Serapan gugus -C=C aromatis muncul pada bilangan gelombang 1509 cm^{-1} dan 1430 cm^{-1} . Kemudian muncul serapan gugus -C-O-C muncul pada bilangan gelombang 1266 cm^{-1} . Pada daerah *out of plane* $1000 - 400\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan 1,2,4-benzena tersubstitusi.



Gambar 4.11 Spektra FTIR Senyawa Vanilin

Tabel 4.7 Spektra FTIR Vanilin

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Bentuk Pita
	Azizah (2015) Vanilin	Vanilin	
-OH stretching	3180	3180	<i>Broad</i>
$\text{-Csp}^3\text{-H stretching}$	2946	2946	<i>Sharp, Weak</i>
$\text{-Csp}^2\text{-H stretching}$	3025	3025	<i>Sharp, Weak</i>
-C-O-C stretching	1266	1266	<i>Sharp, Strong</i>
-C=C aromatis	1588 dan 1465	1588 dan 1465	<i>Sharp, Medium</i>
-C=O aldehida	1665	1665	<i>Sharp, Strong</i>
-C-H aldehida	2744	2861 dan 2744	<i>Weak to Medium</i>
-C-O alkohol	-	1154	<i>Sharp, Medium</i>
<i>Out of plane</i>	-	859, 813 dan 733	<i>Medium, Weak, Sharp</i>



Gambar 4.12 Gabungan Spektra FTIR Senyawa Produk Variasi 1-4

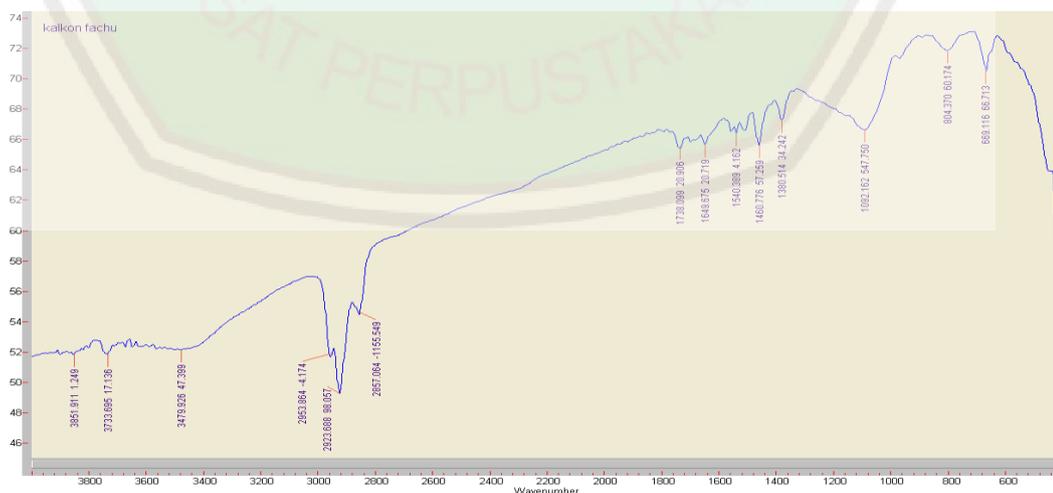
Tabel 4.8 Spektra FTIR Produk Sintesis

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Bentuk Pita
	Azizah (2015) Produk Sintesis	Produk Sintesis	
-OH <i>stretching</i>	3420	3477 – 3473 dan 3189	<i>Broad, Medium</i>
-Csp ³ -H <i>stretching</i>	2936	-	-
-Csp ² -H <i>stretching</i>	3066	-	-
-C-O-C <i>stretching</i>	1273	1267	<i>Sharp, Strong</i>
-C=C aromatis	1584 dan 1421	1511 dan 1465	<i>Sharp, Medium</i>
-C=O aldehida	-	1668	<i>Sharp, Strong</i>
-C-H aldehida	-	2861	<i>Sharp, Weak</i>
-C=O keton	1654	-	-
<i>Out of plane</i>	-	859, 813 dan 733	<i>Medium, Weak, Sharp</i>

Gambar 4.12 merupakan hasil dari spektrum FTIR senyawa produk dari semua variasi yang menunjukkan adanya serapan gugus –O-H dengan profil melebar yang khas pada bilangan gelombang $3477 - 3473 \text{ cm}^{-1}$ dan 3189 cm^{-1} .

Pada bilangan gelombang 2861 cm^{-1} muncul serapan gugus -C-H aldehida, adanya serapan gugus -C-O-C pada bilangan gelombang 1267 cm^{-1} . Serapan gugus -C=O aldehida dengan profil tajam muncul pada 1668 cm^{-1} . Kemudian serapan gugus -C=C aromatis muncul pada daerah 1511 cm^{-1} dan 1430 cm^{-1} .

Berdasarkan Tabel 4.7 dan Tabel 4.8 hasil spektra FTIR senyawa produk mempunyai kemiripan dengan spektra FTIR vanilin. Namun, terdapat sedikit perbedaan, yaitu pergeseran bilangan gelombang pada gugus -O-H. Gugus -O-H pada vanilin muncul pada bilangan gelombang 3180 cm^{-1} , sedangkan senyawa produk muncul pada daerah $3477 - 3473\text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut diduga akibat dari perpanjangan rantai konjugasi. Menurut Pertiwi, dkk (2015) ketika sintesis suatu senyawa akan menyebabkan adanya suatu reaksi yang terjadi, sehingga terdapat perubahan suatu struktur yang menyebabkan perbedaan pada suatu senyawa tersebut dengan reaktannya. Dengan demikian diduga produk hasil sintesis memiliki kandungan vanilin yang dominan dan senyawa target yang relatif kecil. Selanjutnya, spektra FTIR dari produk hasil KLTP disajikan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Spektra FTIR Hasil KLTP

Tabel 4.9 Spektra FTIR Hasil KLTP

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Bentuk Pita
	Azizah (2015) Produk Sintesis	Produk Sintesis	
-OH <i>stretching</i>	3420	3479	<i>Broad, Medium</i>
-Csp ³ -H <i>stretching</i>	2936	2923	<i>Sharp, Strong</i>
-Csp ² -H <i>stretching</i>	3066	2953	<i>Sharp, Medium</i>
-C-O-C <i>stretching</i>	1273	-	-
-C=C aromatis	1584 dan 1421	1540 dan 1460	<i>Sharp, Weak</i>
-C=C alkena	-	1649	<i>Sharp, Strong</i>
-C=O aldehida	-	-	-
-C-H aldehida	-	-	-
-C-H alifatik	-	2857	<i>Sharp, Weak</i>
-C=O keton	1654	1738	<i>Sharp, Weak</i>
-Si-O asimetri	-	1092	<i>Broad, Medium</i>
-Si-O bengkokan	-	<500	<i>Sharp, Weak</i>

Berdasarkan Gambar 4.13 spektra FTIR hasil KLTP menunjukkan adanya serapan -O-H dengan profil spektra melebar yang khas pada bilangan gelombang 3479 cm⁻¹ dan adanya serapan -O-H *free* pada bilangan gelombang 3733 cm⁻¹. Serapan gugus -Csp²-H aromatis muncul pada bilangan gelombang 2953 cm⁻¹ yang didukung dengan adanya serapan -C=C aromatis pada bilangan gelombang 1540 dan 1460 cm⁻¹. Teramati pula gugus -Csp³-H pada daerah 2923 cm⁻¹. Selain itu, serapan -C=O keton muncul pada bilangan gelombang 1738 cm⁻¹. Kemudian serapan gugus -C=C alkena muncul pada bilangan gelombang 1649 cm⁻¹ yang didukung dengan serapan gugus -C-H alifatik pada bilangan gelombang 2857 cm⁻¹. Pada hasil spektra KLTP juga muncul gugus -Si-O asimetri dengan profil spektra yang lebar pada bilangan gelombang 1092 cm⁻¹ dan serapan gugus -Si-O bengkokan muncul pada daerah bilangan gelombang <500 cm⁻¹, menurut Herlina dan Safitra (2018) menyatakan bahwa serapan gugus -Si-O asimetri muncul pada bilangan gelombang 1100 – 1023 cm⁻¹ dan gugus -Si-O bengkokan pada bilangan gelombang 460 – 408 cm⁻¹. Hal tersebut diduga adanya plat silika yang masih

belum terpisah sempurna dengan senyawa target. Dengan demikian hasil interpretasi spektra FTIR KLTP disajikan ada Tabel 4.9.

4.5 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan KG-SM

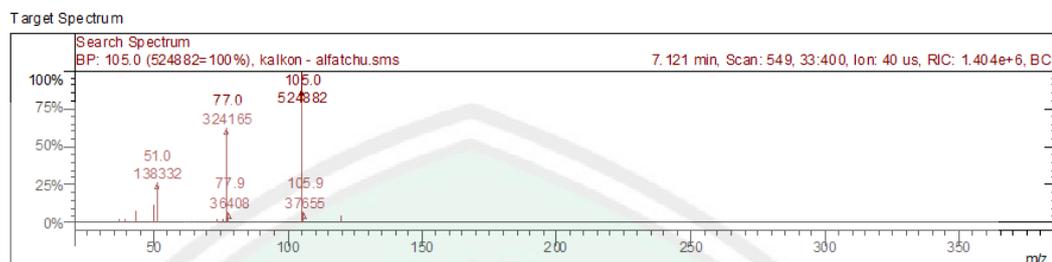
Karakterisasi senyawa produk menggunakan KG-SM bertujuan untuk mengetahui banyaknya komponen dalam sampel berdasarkan banyaknya puncak dalam kromatogram dan meramalkan struktur molekul senyawa berdasarkan m/z yang diperoleh dalam spektra SM. Sampel yang digunakan untuk karakterisasi KG-SM yaitu produk hasil sintesis variasi 3 yang memiliki hasil randemen terbaik diantara variasi yang lain. Hasil kromatogram disajikan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Kromatogram KG

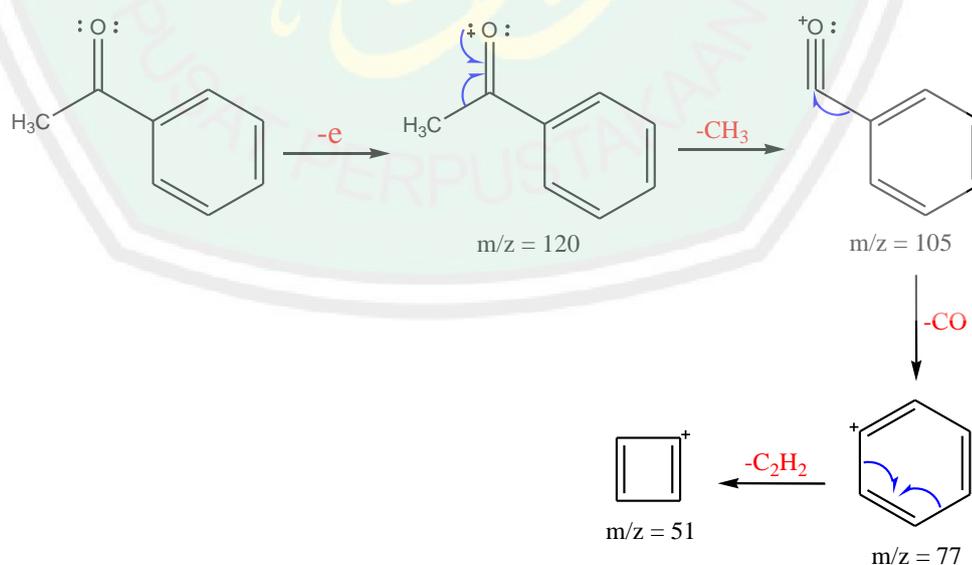
Berdasarkan Gambar 4.14 menunjukkan bahwa produk hasil sintesis mengandung 2 senyawa yang ditunjukkan dengan adanya 2 puncak pada kromatogram. Puncak 1 yang muncul pada waktu retensi 7,121 menit dengan % area sebesar 0,69% dan puncak 2 pada waktu retensi 13,130 menit dengan % area

sebesar 99,31%. Hal tersebut menunjukkan bahwa puncak 2 memiliki kadar yang paling dominan.



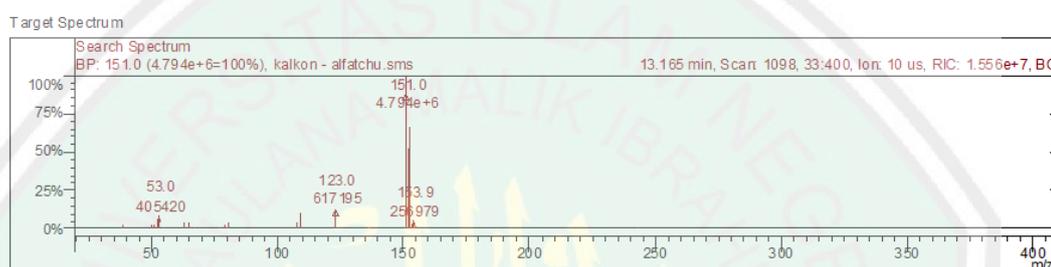
Gambar 4.15 Spektra Massa Puncak 1

Hasil analisis puncak 1 dengan spektrometer massa disajikan pada Gambar 4.15. Spektra massa puncak 1 mempunyai ion molekuler dengan m/z 105 yang merupakan puncak tertinggi (*base peak*), nilainya mirip dengan berat molekul asetofenon. Hal tersebut juga didukung oleh pola fragmentasi yang disajikan pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Pola Fragmentasi Asetofenon

Asetofenon yang muncul pada kromatogram merupakan senyawa reaktan yang digunakan dalam sintesis. Hal tersebut diduga bahwa asetofenon masih belum bereaksi sempurna dengan vanilin. Sehingga masih tersisa dan terdeteksi oleh instrument KG-SM. Kemudian hasil analisis puncak 2 dengan spektrometer massa disajikan pada Gambar 4.17 dan pola fragmentasinya disajikan pada Gambar 4.18.



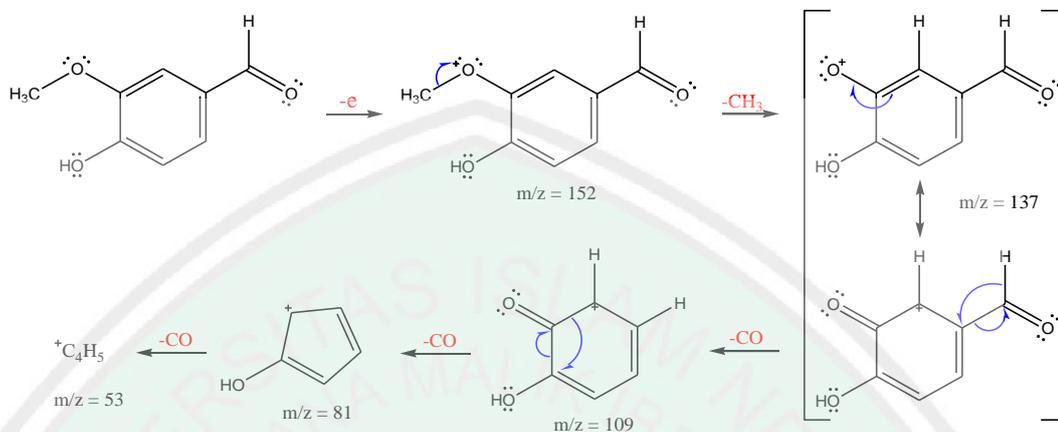
Gambar 4.17 Spektra Massa Puncak 2

Spektra massa pada Gambar 4.17 menunjukkan bahwa nilai m/z 151 dengan kelimpahan relatif 100% yang merupakan puncak dasar. Tingginya kelimpahan ion tersebut dipengaruhi oleh kestabilan ion karena ion dapat beresonansi dan nilai tersebut memiliki kemiripan dengan berat molekul vanilin yaitu 152 g/mol. Sehingga diduga puncak tersebut merupakan senyawa vanilin. Hal ini juga didukung oleh pola fragmentasinya yang disajikan pada Gambar 4.18.

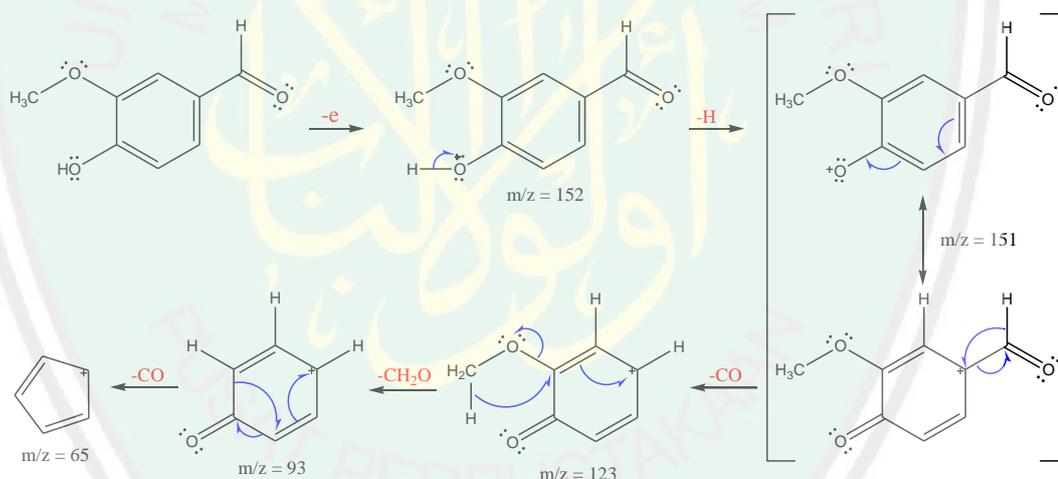
Vanilin merupakan senyawa reaktan yang ditemukan sebagai puncak tertinggi pada hasil karakterisasi senyawa produk hasil sintesis menggunakan KG-SM, sedangkan senyawa target tidak terdeteksi pada hasil karakterisasi. Hal ini diduga bahwa senyawa target memiliki titik didih yang tinggi, sehingga perlu dilakukan preparasi pada senyawa target dengan esterifikasi sebelum

dikarakterisasi menggunakan instrumentasi KG-SM. Hal tersebut dilakukan untuk menurunkan titik didih senyawa target.

Pola fragmentasi 1



Pola fragmentasi 2



Gambar 4.18 Pola Fragmentasi Vanilin

Hasil sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dimungkinkan pula terbentuk produk samping, yaitu senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion yang merupakan hasil produk samping akibat reaksi adisi Michael antara senyawa target dengan anion enolat dari

asetofenon. Namun, tidak muncul dalam instrument KG-SM karena memiliki titik didih yang tinggi pula. Azizah (2015) menyatakan bahwa ketika karakterisasi KG-SM muncul puncak 3 pada waktu retensi 57,919 menit dengan % area sebesar 7,92%. Berdasarkan spektra massanya, *base peak* pada puncak 3 memiliki nilai m/z 374. Nilai m/z 374 sesuai dengan berat molekul senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion.



BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Produk hasil sintesis pada berbagai variasi didapatkan randemen yang berbeda-beda. Variasi 1, 2, 3 dan 4, secara berurutan didapatkan randemen sebesar 58,2; 59,2; 65 dan 64,2%. Hasil produk yang didapatkan setiap variasi memiliki kemiripan, mulai dari sifat fisik yang berbentuk kristal berwarna kuning dengan titik leleh 65-75 °C. Produk larut dalam etanol dan kloroform. Pada uji kimia ketika ditambahkan larutan basa NaOH terjadi perubahan warna dari produk kristal kuning menjadi larutan berwarna oranye. Hasil KLT pada lampu UV 366 nm menunjukkan bahwa pada spot 1 yang berwarna biru diduga senyawa vanilin dengan nilai R_f 0,54 dan spot 2 yang berwarna hijau diduga sebagai senyawa target dengan nilai R_f 0,58 – 0,6. Spektra FTIR produk menunjukkan adanya serapan gugus -OH (3477 cm^{-1}) dan (3180 cm^{-1}), -C=C ($1511 - 1430\text{ cm}^{-1}$), -C=O aldehida (1668 cm^{-1}), -C-H aldehida (2861 cm^{-1}), dan -C-O-C (1267 cm^{-1}). Hasil kromatogram KG-SM didapatkan 2 puncak yang merupakan puncak dari asetofenon dengan *base peak* m/z 105 dan vanilin dengan *base peak* m/z 151.
2. Produk hasil sintesis dengan jumlah mol katalis NaOH 7,5 mmol merupakan mol optimum dari katalis dalam sintesis senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on. Sebab didapatkan hasil randemen paling tinggi yaitu sebesar 65%.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan menggunakan variasi reaktan golongan senyawa benzaldehid dan keton aromatis, sehingga didapatkan randemen hasil sintesis yang tinggi.
2. Perlu dicoba proses esterifikasi pada produk sebelum dianalisa menggunakan KG-SM, sehingga produk dapat muncul dalam kromatogram.
3. Perlu dilakukan analisa menggunakan instrumentasi LC-MS untuk mengetahui persen kemurnian produk dalam hasil sintesis.



DAFTAR PUSTAKA

- Aksoz, B.E., dan Ertan, R. 2011. Chemical and Structural Properties of Chalcones I. *FABAD J. Pharm. Sci.*, 36: 223-242.
- Ambo, N. 2012. Sintesis Senyawa 4-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-3-buten-2-on dengan Katalis Basa serta Uji Potensinya sebagai Tabir Surya. *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Asiri, A. M, Marwani, H. M, Alamry, K. A, Al-Amoudi, M. S, Khan, S. A dan El-Daly, S. A. 2014. Green Synthesis, Characterization, Photophysical and Electrochemical Properties of Bis-chalcones. *International Journal of Electrochemical Science*, 9: 799-809.
- Azizah, Y. 2015. Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dan Uji Aktivitas Antioksidan Produknya Terhadap DPPH. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Azizah, Y., Hanapi, A., dan Adi, T.K. 2015. Synthesis of 3-(4-Hydroxy-3-Methoxyphenyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-On and its Antioxidant Activity Assay using DPPH. *Alchemy*, 4, (1): 67-72.
- Bandgar, BP., Gawande. SS., Bodade, RG., Totre, JV., dan Khobragade, CN. 2010. Synthesis and Biological Evaluation of Simple Methoxylated Chalcones as Anticancer, Anti-Inflammatory and Antioxidant Agents. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 18: 1364-1370.
- Bele, A.A., dan Khale, A. 2011. An Overview on Thin Layer Chromatography. *International Journal of Pharmaceutical Science and Research*, 2, (2): 256-267.
- Budimarwanti, C dan Handayani, S. 2010. Efektivitas Katalis Asam Basa Pada Sintesis 2-hidroksikalkon, Senyawa yang Berpotensi Sebagai Zat Warna. Di dalam: Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010*; Yogyakarta, 30 oktober 2010. Yogyakarta: Panitia Kimia dan Pendidikan Kimia Yogyakarta.
- Chakraborty, D.S. 2016. Intrumentation of FTIR and its Herbal Applications. *Word Journal of Pharmaceutical Research*, 26, (3): 498-505.
- Champelovier P, dkk. 2013. Cellular and Molecular Mechanisms Activating The Cell Death Processes By Chalcones: Critical Structural Effects. *Toxicology in Vitro*, 27: 2305-2315.
- Dev, S dan Dhaneshwar, S. R. 2013. A Solvent-Free for the Green Synthesis of Heterocyclic Chalcones. *Journal of Der Pharmacia Lettre*, 5, (5): 219-223.

- Fitri, A.Y. 2013. Penggunaan Hidroksi sitronelal Kaliks [4] Resorsinarena Untuk Adsorpsi Kation Logam Berat Pb(II), Cd(II), dan Cu(II). *Skripsi*. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia.
- Fitriyani. 2015. Optimasi Pembentukan Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon pada Variasi Jenis dan Konsentrasi Katalis Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt dengan Teknik *Grinding*. *Skripsi*. Yogyakarta: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.
- Gandjar, I.G dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gandjar, I.G dan Rohman, A. 2012. *Analisis Obat secara Spektroskopi dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gao, W., Liu, R., Li, Y., dan Cui, P. 2014. Two Efficient Methods for the Synthesis of Novel Indole-Based Chalcone Derivatives. *Res. Chem. Intermed*, 40, 3021–3032.
- Ghosh, R., dan Das, A. 2014. Synthesis and Biological Activities of Chalcones and Their Heterocyclic Derivatives: A Review. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 3, (3): 578-595.
- Handayani, S., Matsjeh, S., Anwar, C., dan Atun, S. 2010. Synthesis and Activity Test as Antioxidant of Two Hydroxydibenzalacetones. *Proceedings Pure and Applied Chemistry International Conference*. Thailand. Page 686-688.
- Handayani, S., Arianingrum, R., dan Haryadi, W. 2011. Vanilin Structure Modification of Isolated Vanilla Fruit (*Vanilla planifolia Andrews*) to Form Vanilinacetone, *Proceedings at 14th Chemical Congress 2011*, 252-257.
- Handayani, S., Teruna, H.Y., dan Zamri, A. 2013. Sintesis Analog Klakon (*E*)-3-(2-Klorofenil)-1-(4'Metoksi Fenil)-Prop-2-En-1-On dan Uji Toksisitas dengan Metode *Brine Shrimp Lethal Test* (BSLT). *J. Ind. Che. Acta*, 4, (3).
- Hans, R.H., dkk. 2010. Synthesis, Antimalarial and Antitubercular Activity of Acetylenic Chalcones. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 20: 942-944.
- Herlina, I., dan Safitra, E.R. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Silika Tersulfatasi dari Sekam Padi. *Research Article*, 12: 17-22.
- Hussain, S.Z., dan Maqbool, K. 2014. GC-MS: Principle, Technique and its Application in Food Science. *Int J Curr Sci*, 13: 116-126.

- Ilhamy, M.B. 2015. Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksi-5(fenildiazenil)(fenil)-1-fenil-2-propen-1-on dan Uji Aktivitas Antioksidan Produknya Terhadap DPPH. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Jayapal, M.R., dan Sreedhar, N.Y. 2010. Synthesis and Characterization of 4-Hydroxy Chalcones by Aldol Condensation Using $\text{SOCl}_2/\text{EtOH}$. *Int J Curr Pharm Res*, 2, (4): 60-62.
- Al-Jazairi, S.A.B.J. 2007. *Tafsir Al- Qur'an Al- Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah.
- Jia, X., Li, J., D, Y., Zhang, B., Wang, N., dan Wang, Y., 2013. 2013. A simple and green protocol for 2H-Indalazo [2,1-b] htalazine-triones Using Grinding Method. *Journal of Chemistry*. 1-5.
- Katsir, I. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Pustaka Imam Syafi'i.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press.
- Kosela, S. 2010. *Cara Mudah dan Sederhana Penentuan Struktur Molekul Berdasarkan Spektra Data (NMR, Mass, IR, UV)*. Jakarta: Lembaga Penerbit FE UI.
- Kumar, R., Sharma, P.K., dan Mishra, P.S. 2012. A Review on the Vanilin Derivatives Showing Various Biological Activities. *Int. J. Pharm Tech Res*, 4, (1): 266-279.
- Kumar, S., Jyotirmayee. K., dan Sarangi. M. 2013. Thin Layer Chromatography: A Tool of Biotechnology for Isolation of Bioactive Compounds from Medicinal Plants. *Int. J. Pharm. Sci. Rev. Res*, 18, (1): 126-132.
- Miller, A., dan Solomon, P.H. 1999. *Writing Reaction Mechanism in Organic Chemistry*. Elsevier Science & Technology Books.
- M. Sermakkani., dan Thangapandain. V. 2012. GC-MS Analysis of *Italica* Leaf Methanol Extract. *Asian J Pharm Clin Res*, 5, (2): 90-94.
- Mulyono, HAM. 2006. *Kamus Kimia*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Patil, C.B., Mahajan, S.K., dan Katti, S.A. 2009. Chalcone: A Versatile Molecule. *Journal of Pharmaceutical Science and Research*. 1, (3): 11-12.
- Pertiwi, N.K.P., Handayani, S., Budimarwanti, C., dan Haryadi, W. 2015. Optimasi Konsentrasi Natrium Hidroksida Pada Sintesis 2,6-Bis(3',4'-Dimetoksibenzilidin)Sikloheksanon Melalui Reaksi *Claisen-Schmidt*.
- Prabawati, S.Y., Khusnuryani, A., dan Khamidinal. 2017. Sintesis Senyawa Kalkon Bebas Pelarut Sebagai Zat Antibakteri. *Alchemy*, 13, (1): 95-102.

- Pranowo, D., Affandi, M.Y., Candraningrum, W., dan Muchalal, M. 2010. Mempelajari Sintesis 4-(hidroksifenil)-3-buten-2-on. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia II*. Solo. ISBN: 979-498-547-3.
- Al-Qurthubi, S. I. 2008. *Tafsir Al Qurthubi/Syaikh Imam Al Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Rafiee, E., dan Rahim, F. 2013. A Green Approach to The Synthesis of Chalcones Via Claisen-Schmidt Condensation Reaction Using Cesium Salts of 12-Tungstophosphoric Acid as A Reusable Nanocatalyst. *Monatsh Chem*, 144: 361-367.
- Rahman, A. F. M. M, Ali, R, Jahng, Y dan Kadi, A. A. A. 2012. Facile Solvent Free Claisen-Schmidt Reaction: Synthesis of α,α' -bis-(Substitutedbenzylidene) cycloalkanones and α,α' -bis-(Substitutedalkylidene) cycloalkanones. *Journal Molecules*. 17: 571-583.
- Rateb, M. N. dan Zohdi, F. H. 2009. Atom-Efficient, Solvent-Free, Green Synthesis of Chalcones by Grinding. *International Journal for Rapid Communication of Synthetic Organic Chemistry*, 39, (15): 2789-2794.
- Sahu, N.K., Balbhadra, S.S., Choudhary, J., dan Kohli, D.V. 2012. Exploring Pharmacological Significance of Chalcone Scaffold: A Review. *Current Medicinal Chemistry*, 19: 209-225.
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir Al Misbah: pesan, kesan dan keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Linters Hati.
- Shorey, S., Prakash, C., Choudhary, J., dan Intodia, K. 2013. Microwave Irradiation Synthesis of Various Substituted Chalcon Using Various Heterogeneous Catalysts under Solvent-Free Conditions and their Biological Studies. *Chemical Science Transactions*, 2, (2): 343-348.
- Silvertein, R.M., Webster, F.X., dan Kiemle, D.J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Hoboken: John Willey & Sons Inc.
- Sulistyowati, M.I., Nofianti, K.A., Suzana., dan Budiati, T. 2014. In Vitro Antimalarial Activity of Chalcone and its Derivatives. *Int J Pharm Pharm Sci*, 2, (1): 669-671.
- Sumardjo, D. 2009. *Pengantar Kimia*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Bandung: Widya Padjadjaran.
- Susanti, E.V.H., Matsjeh, S., Tutik, T.D., dan Mustofa, 2012. Sintesis 2',6'-dihidroksi-3,4-dimetoksikalkon Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt

dengan Teknik Grinding. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY.

Susanti, E. V. H., Matsjeh, S., Mustofa dan Wahyuningsih, T. D. 2014. Improved Synthesis of 2',6'-dihydroxy-3,4-dimethoxychalcone By Grinding Technique To Synthesize 5-hydroxy-3',4'-dimethoxyflavone. *Indo. J. Chem.*, 14, (2): 174-178.

Suzana, Amalia. K., Ika. S.M., Ekowati. J., Rudyanto. M., Poerwono. H., dan Budiati. T. 2014. Sintesis Khalkon dan Derivatnya Menurut Reaksi Kondensasi *Calisen-Schmidt* dengan Iradiasi Gelombang Mikro. *Jurnal Farmasi dan Ilmu Kefarmasian Indonesia*, 1, (1): 24-27.

Sykes, P. 1989. *A Guide to Mechanism In Organic Chemistry*. Cambridge: Christ's College.

Tanaka, K. dan Toda, F. 2002. *Organic Solid State Reactions*. Springer Science Business Media, B.V.

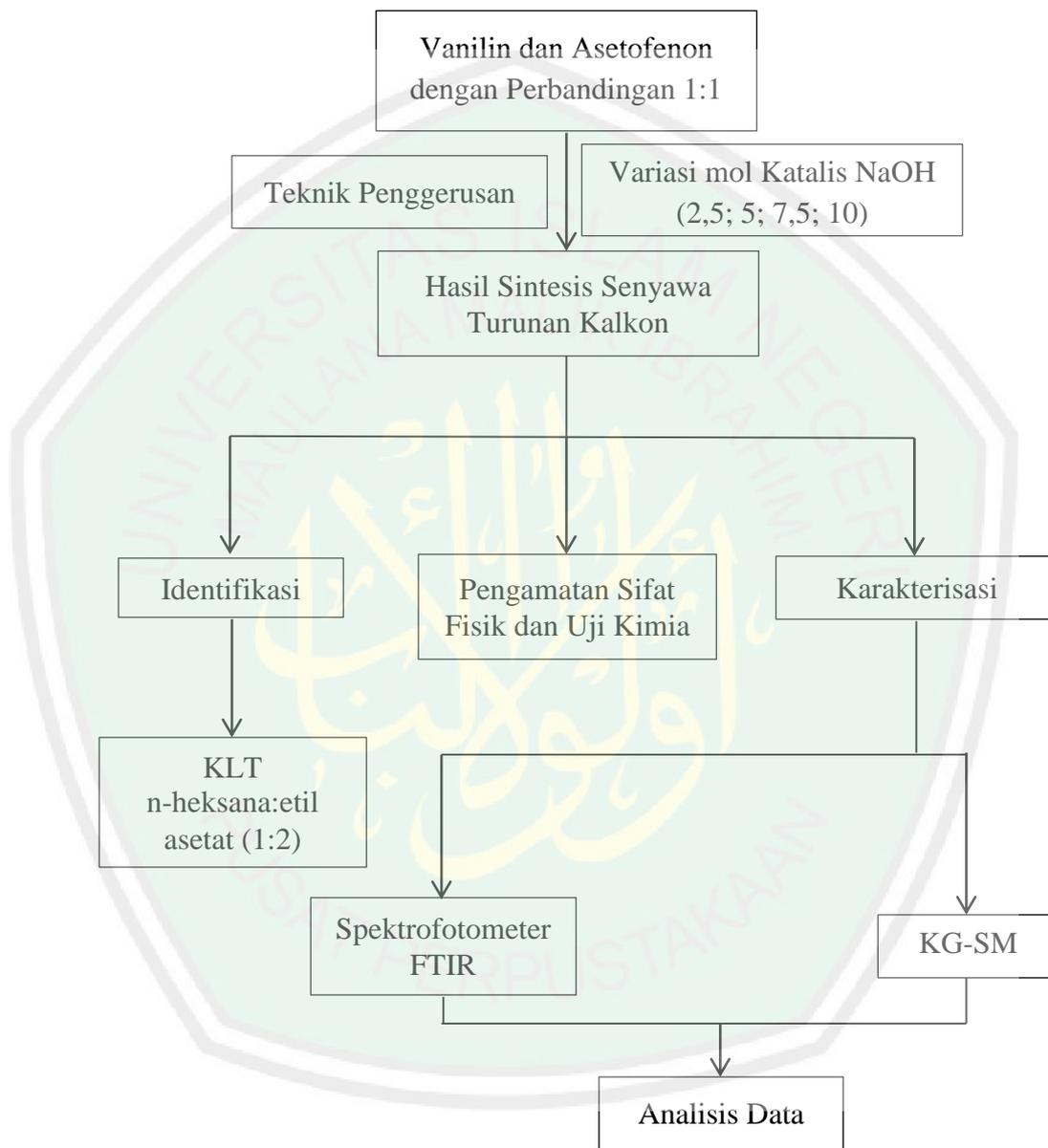
Wade, L. G. 2006. *Organic Chemistry*. New Jersey: Pearson Education International.

Zangade, S., Mokle, S., Vibhute, A., dan Vibhute, Y. 2011. An Efficient and Operationally Simple Synthesis of Some New Chalcones by Using Grinding Technique. *Chemical Science Journal*, 13: 1-6.

Lampiran 1

RANCANGAN PENELITIAN

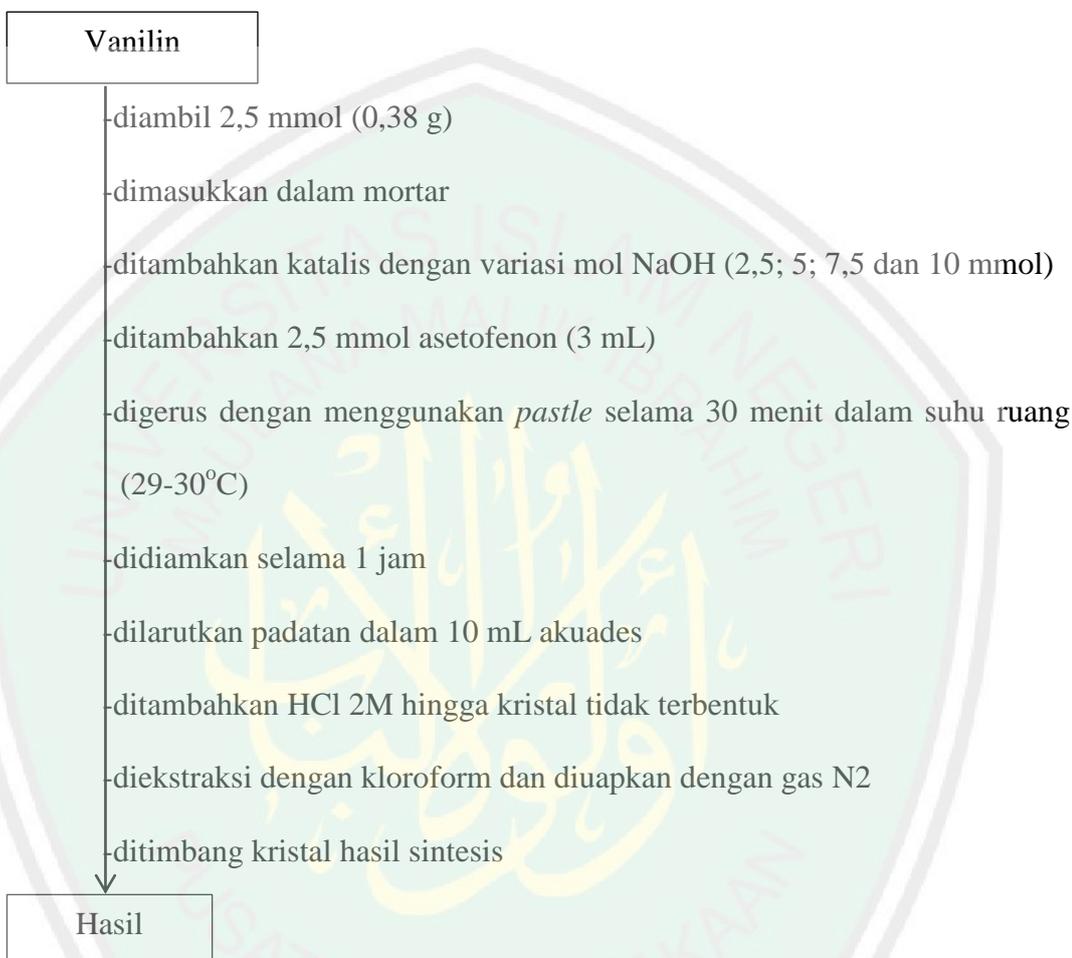
L.1.1 Rancangan Penelitian



Lampiran 2

DIAGRAM ALIR

L.2.1 Sintesis Senyawa Turunan Kalkon

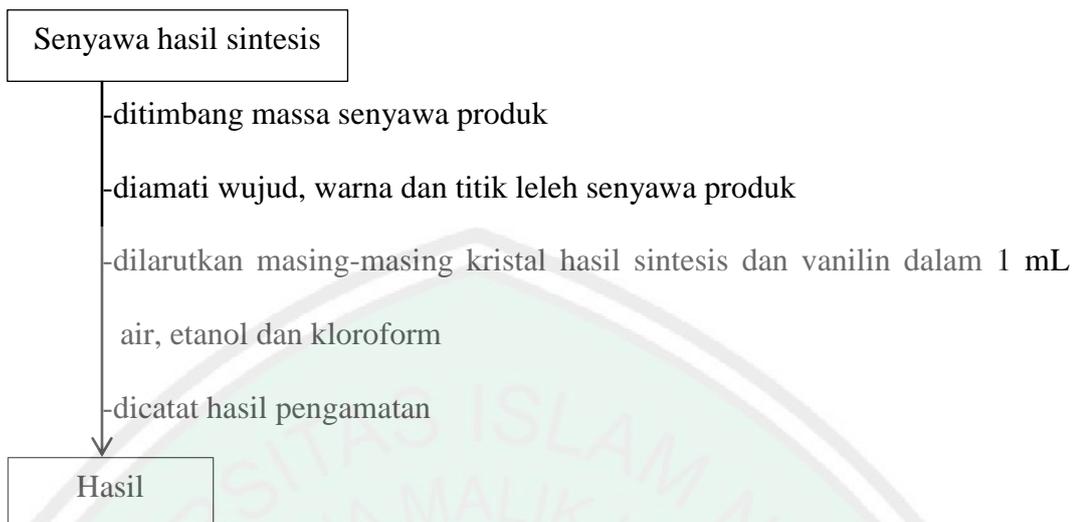


Variasi mol NaOH yang digunakan adalah sebagai berikut:

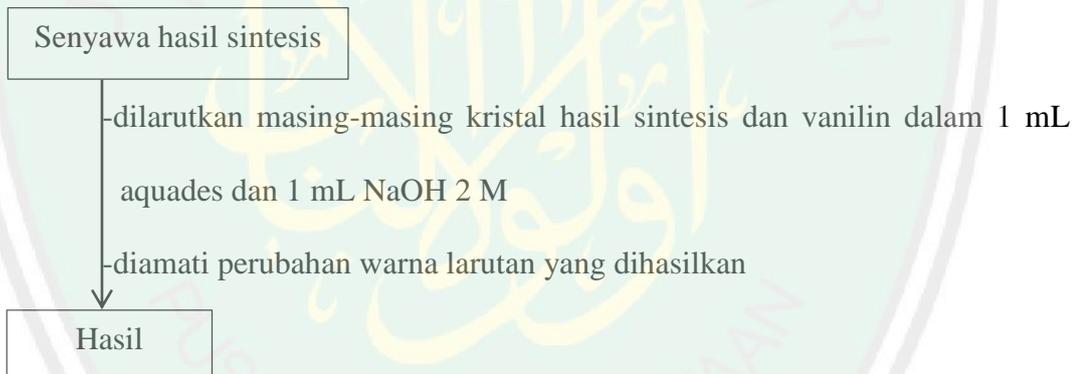
No.	Variasi mol NaOH (mmol)	Vanilin (g)	Asetofenon (mL)	NaOH (g)
1.	2,5	0,38	0,3	0,1
2.	5			0,2
3.	7,5			0,3
4.	10			0,4

L.2.2 Pengamatan Sifat Fisik dan Uji Kimia Terhadap Senyawa Produk

L.2.2.1 Pengamatan Sifat Fisik



L.2.2.2 Uji kimia



L.2.3 Identifikasi Senyawa Produk Menggunakan KLT

Senyawa hasil sintesis

- dilarutkan 10 mg kristal dalam 0,2 mL kloroform
- ditotolkan pada plat KLT GF₂₅₄ yang telah dipanaskan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 20 menit dengan jarak 1 cm dari batas bawah
- dimasukkan ke dalam *chamber* yang berisi eluen 10 mL
- diangkat plat dan dikeringkan
- disinari plat dengan sinar UV pada panjang gelombang 366 nm
- diamati spot yang dihasilkan
- dihitung nilai Rf

Hasil

L.2.4 Karakterisasi Senyawa Produk Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Senyawa hasil sintesis

- dicampur 2 mg kristal dengan 100 mg KBr
- digerus dalam mortar agate
- dipress campuran
- dibentuk pelet
- diletakkan pelet di *cell holder*
- dilewati berkas sinar infra merah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹
- diamati hasil spektra IR yang diperoleh
- dibandingkan dengan spektra IR senyawa vanilin

Hasil

L.2.5 Karakterisasi Senyawa Produk Terbaik Menggunakan KG-SM

Senyawa hasil sintesis

-dilarutkan 70 mg kristal dalam 1 mL kloroform

-diinjeksikan 1 μL menggunakan *syringe* ke dalam instrumen KG-SM

-varian dengan kondisi operational alat:

- Jenis kolom : Agilent J&W VF-5ms
- Panjang kolom : 30 meter
- Detektor KG : CP 3800
- Detektor SM : Saturn 2200
- Oven : Temperatur terprogram (80 °C selama 5 menit; 80 °C \rightarrow 330 °C selama 38 menit dengan kenaikan 5 °C/menit; 330 °C dengan 30 menit)
- Temperatur injektor : 300 °C
- Tekanan gas : 16,5 kPa
- Kecepatan alir gas : 1 mL/menit
- Gas pembawa : Helium

-diamati hasil kromatogram dan spektra massa yang diperoleh

Hasil

Lampiran 3

PERHITUNGAN

L.3.1 Pengambilan Massa Vanilin 2,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 152,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 2,5 \text{ mmol} = 0,0025 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol} \\ &= 0,380 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.2 Pengambilan Massa Asetofenon 2,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{C}_8\text{H}_9\text{O} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 120,16 \text{ g/mol} \\ \text{Berat jenis } (\rho) \text{ senyawa} &= 1,03 \text{ g/ml} \\ \text{Mol senyawa} &= 2,5 \text{ mmol} = 0,0025 \text{ mol} \\ \text{Volume senyawa} &= \frac{\text{mol} \times \text{BM}}{\text{BJ}} \\ &= \frac{0,0025 \text{ mol} \times 120,16 \text{ g/mol}}{1,03 \text{ g/ml}} \\ &= 0,29 \text{ ml} \\ &= 0,3 \text{ ml}\end{aligned}$$

L.3.3 Pengambilan Massa NaOH 2,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 2,5 \text{ mmol} = 0,0025 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 0,1 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.4 Pengambilan Massa NaOH 5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 5 \text{ mmol} = 0,005 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,005 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 0,2 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.5 Pengambilan Massa NaOH 7,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 7,5 \text{ mmol} = 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 0,3 \text{ g}\end{aligned}$$

L.3.6 Pengambilan Massa NaOH 10 mmol

$$\begin{aligned}\text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa} &= 10 \text{ mmol} = 0,01 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM}\end{aligned}$$

$$= 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 0,4 \text{ g}$$

L.3.7 Pembuatan Larutan 50 mL HCl 2M

$$\text{Berat jenis } (\rho) = 1,19 \text{ g/mL}$$

$$\text{Berat Molekul} = 36,5 \text{ g/mol}$$

$$\text{Konsentrasi HCl} = 37\% \text{ (b/b)}$$

$$37\% = \frac{37 \text{ g HCl}}{100 \text{ g larutan}}$$

$$\text{Mol senyawa (n)} = \frac{g}{M_r} = \frac{37 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol}} = 1,0137 \text{ mol}$$

$$\rho = \frac{\text{Massa Larutan (g)}}{\text{Volume (ml)}}$$

$$V = \frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g/mL}} = 84,03 \text{ mL}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{1,0137 \text{ mol}}{84,03 \text{ mL}} = \frac{1,0137 \text{ mol}}{84,03 \times 10^{-3} \text{ L}} = 12,064 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,064 \text{ M} \times V_1 = 2 \text{ M} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ M} \times 50 \text{ mL}}{12,064 \text{ M}} = 8,29 \text{ mL} = 8,3 \text{ mL}$$

Cara pembuatannya yaitu dipipet HCl pekat 37% dengan pipet ukur 10 mL sebanyak 8,3 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL yang berisi ± 10 mL aquades. Ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Perlakuan ini dilakukan dalam lemari asam.

L.3.8 Pembuatan Larutan 25 mL NaOH 2M

$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa} &= \text{NaOH} \\ \text{Berat molekul senyawa} &= 40 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (n)} &= M \times V \\ &= 2 \text{ mol/L} \times 0,025 \text{ L} \\ &= 0,05 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (gr)} &= n \times \text{BM} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 2 \text{ g} \end{aligned}$$

Cara pembuatannya yaitu ditimbang NaOH sebanyak 2 g dan dilarutkan dalam *beaker glass* yang berisi \pm 10 mL aquades. Dimasukkan dalam labu ukur 25 mL, kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Perlakuan ini dilakukan dalam lemari asam.

L.3.9 Stoikiometri Massa Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on



Reaksi	Senyawa (1)	Senyawa (2)	\longrightarrow	Senyawa Produk (3)
Mula-mula	0,0025	0,0025		-
Bereaksi	0,0025	0,0025		0,0025
Sisa	-	-		0,0025

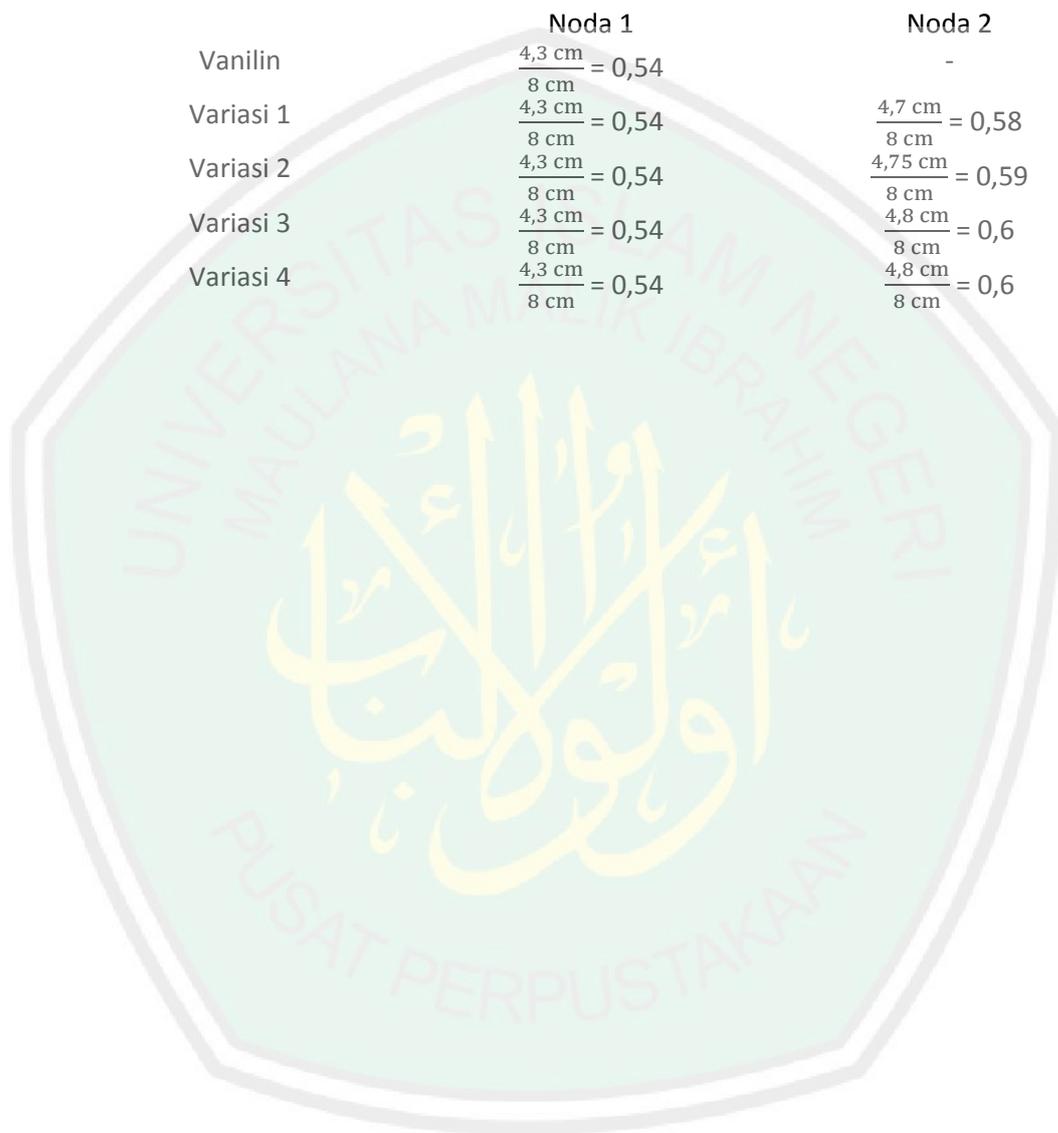
$$\begin{aligned} \text{Rumus molekul senyawa (3)} &= \text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_3 \\ \text{Berat molekul senyawa (3)} &= 258,317 \text{ g/mol} \\ \text{Mol senyawa (3)} &= 0,0025 \text{ mol} \\ \text{Massa senyawa (3)} &= \text{mol} \times \text{BM} \end{aligned}$$

$$= 0,0025 \text{ mol} \times 258,317 \text{ g/mol}$$

$$= 0,6458 \text{ g}$$

L.3.10 Nilai R_f Hasil KLT

	Noda 1	Noda 2
Vanilin	$\frac{4,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,54$	-
Variasi 1	$\frac{4,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,54$	$\frac{4,7 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,58$
Variasi 2	$\frac{4,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,54$	$\frac{4,75 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,59$
Variasi 3	$\frac{4,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,54$	$\frac{4,8 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,6$
Variasi 4	$\frac{4,3 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,54$	$\frac{4,8 \text{ cm}}{8 \text{ cm}} = 0,6$

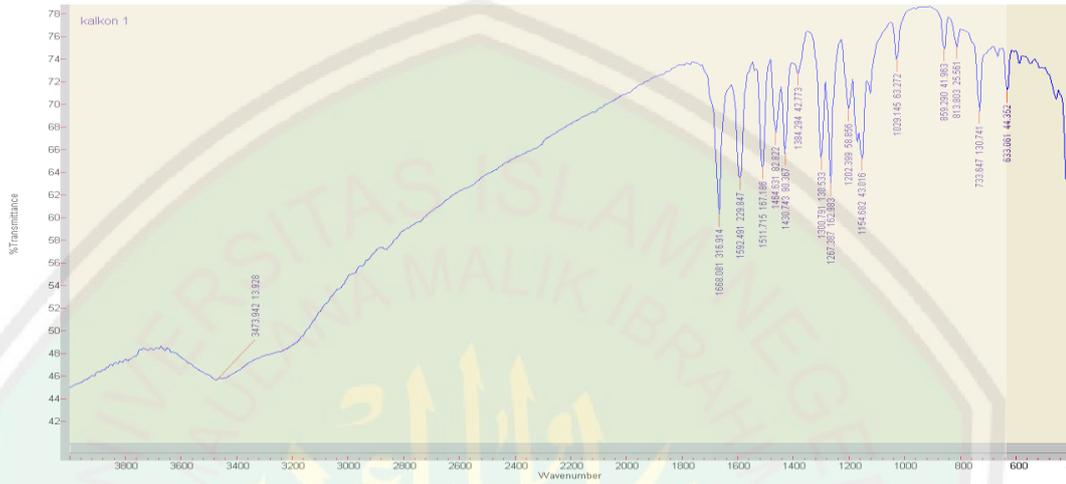


Lampiran 4

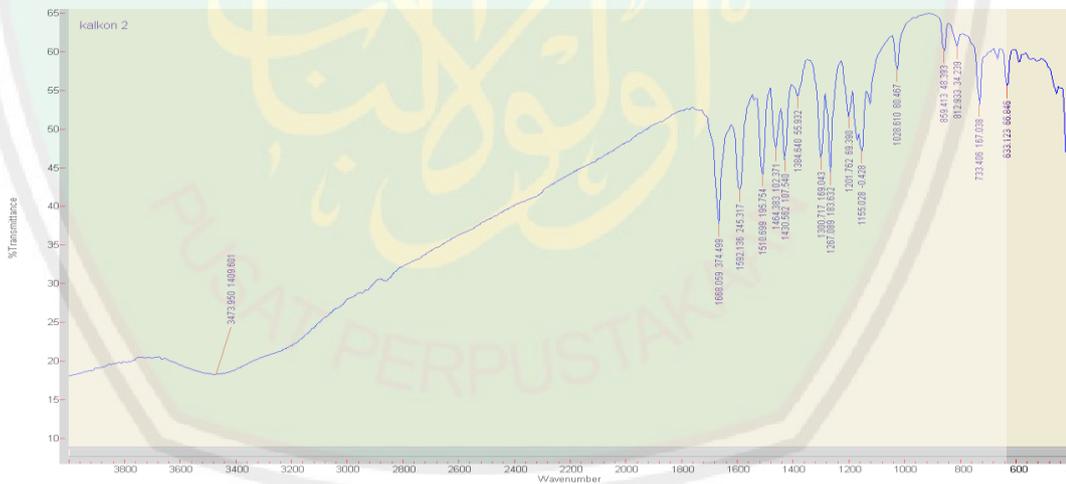
HASIL IDENTIFIKASI FTIR DAN KG-SM

L.4.1 Hasil Identifikasi FTIR

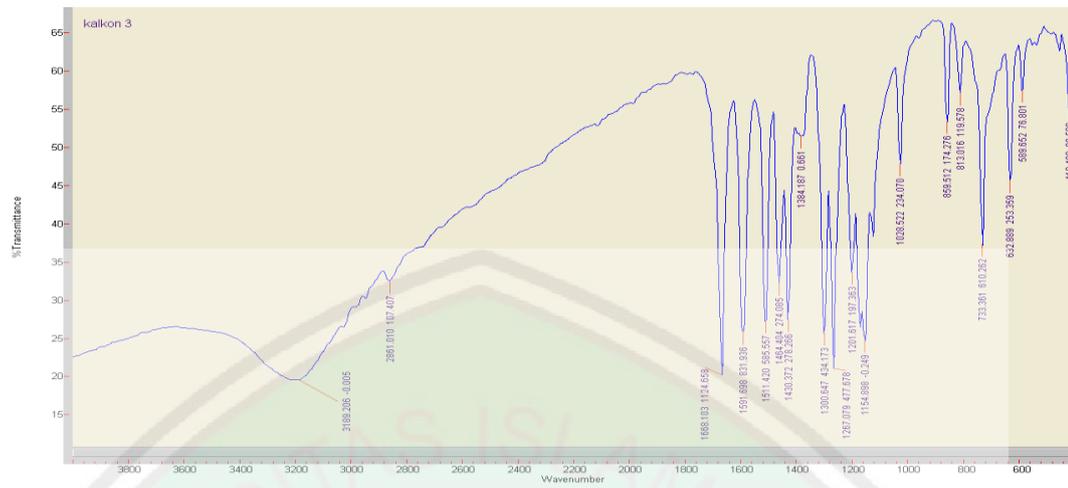
L.4.1.1 Hasil FTIR Variasi 1 (2,5 mmol)



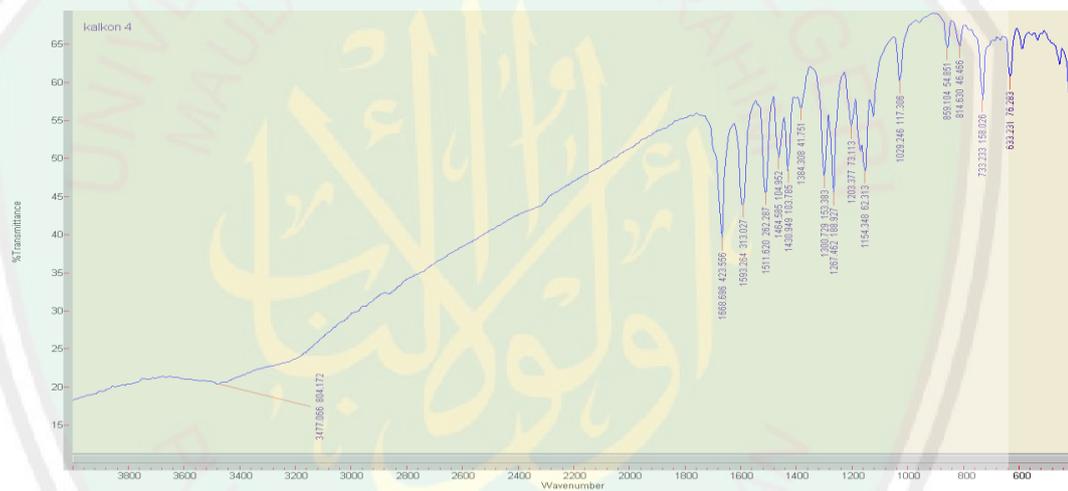
L.4.1.2 Hasil FTIR Variasi 2 (5 mmol)



L.4.1.3 Hasil FTIR Variasi 3 (7,5 mmol)



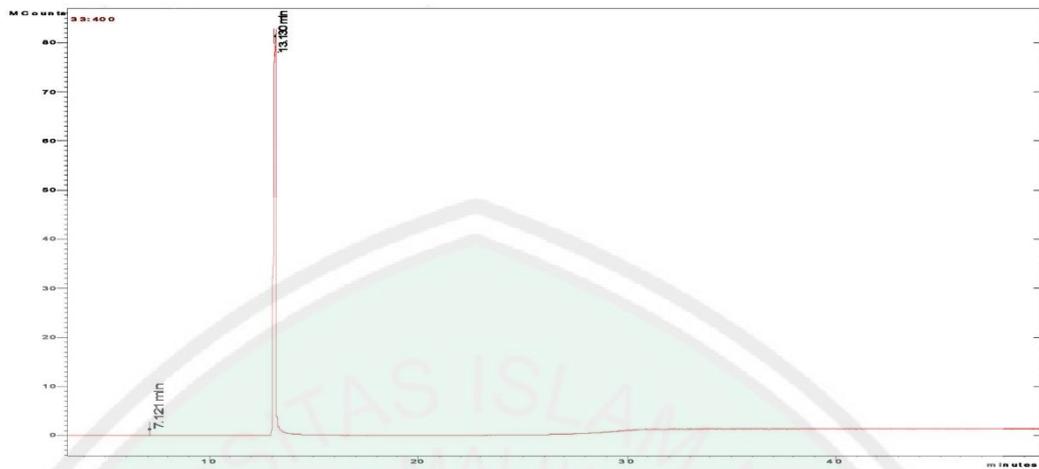
L.4.1.4 Hasil FTIR Variasi 4 (10 mmol)



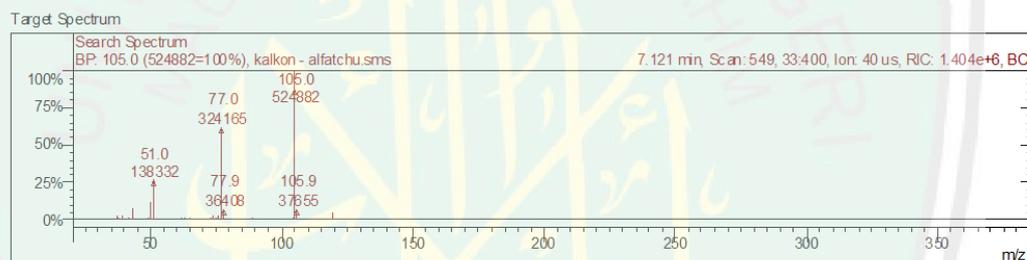
L.4.1.5 Hasil FTIR Produk KLTP



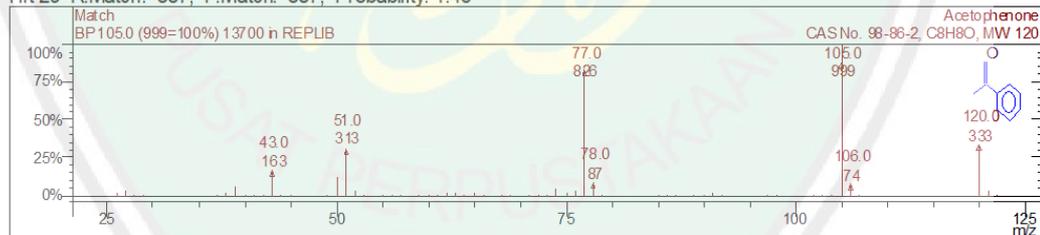
L.4.2 Hasil Identifikasi KG-SM



Best 40 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum



Hit 29 R.Match: 887, F.Match: 887, Probability: 1.46



Spectrum 13700 from REPLIB Library

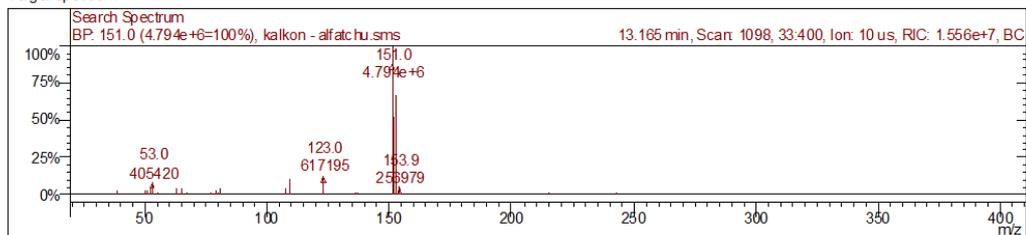
Name: Acetophenone

Pair Count: 81 MW: 120 Formula: C₈H₈O

CAS No: 98-86-2 Acquired Range: 26.0 - 122.0 m/z

Best 10 Hits of Search NIST Libraries for Spectrum

Target Spectrum



Hit 1 R.Match: 784, F.Match: 774, Probability: 48.05



Spectrum 20152 from REPLIB Library

Name: Vanillin

Pair Count: 103 MW: 152 Formula: C₈H₈O₃

CAS No: 121-33-5 Acquired Range: 25.0 - 154.0 m/z

Lampiran 5

DOKUMENTASI

L.5.1 Sintesis Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on

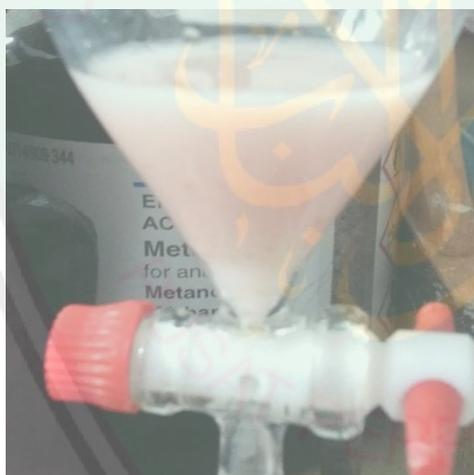
L.5.1.1 Variasi NaOH 2,5 mmol (P1)



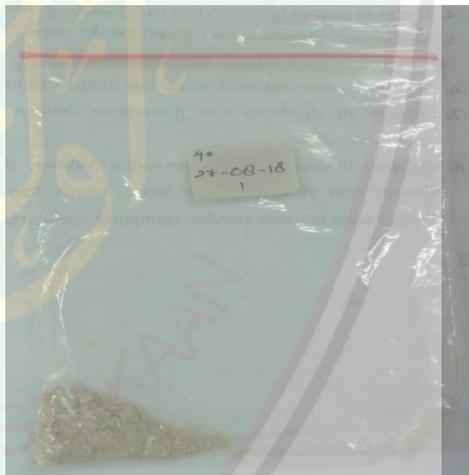
Setelah Penggerusan



Setelah Penambahan Air



Setelah Penambahan Asam



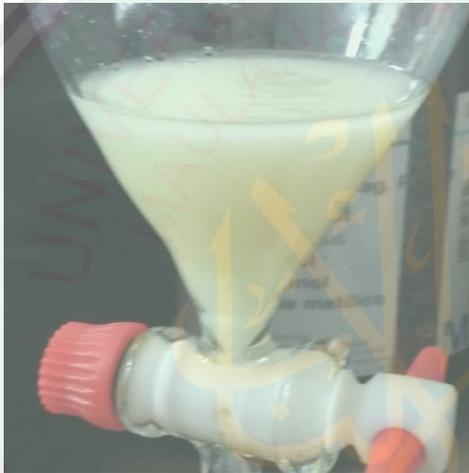
Hasil Produk Sintesis

L.5.1.2 Variasi NaOH 5 mmol (P2)

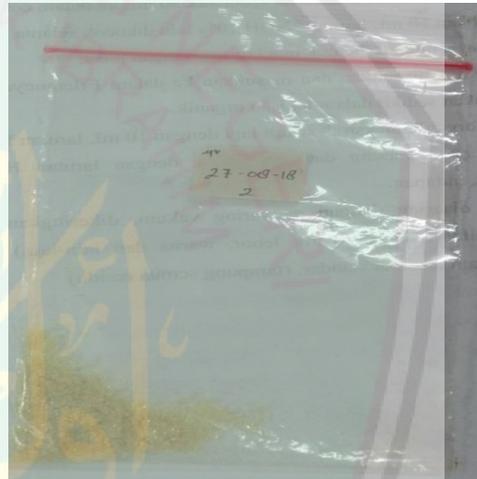
Setelah Penggerusan



Setelah Penambahan Air



Setelah Penambahan Asam



Hasil Produk Sintesis

L.5.1.3 Variasi NaOH 7,5 mmol (P3)

Setelah Penggerusan



Setelah Penambahan Air



Setelah Penambahan Asam



Setelah Proses Ekstraksi



Hasil Produk Sintesis

L.5.1.4 Variasi NaOH 10 mmol (P4)



Setelah Penggerusan



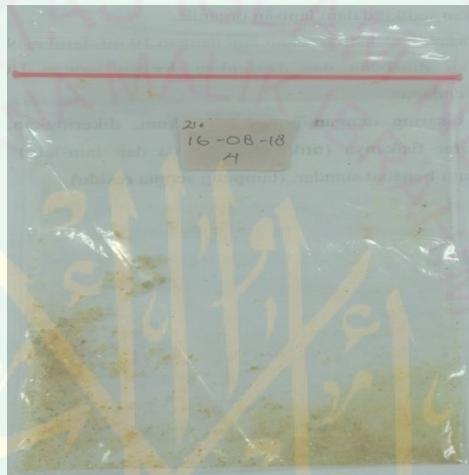
Setelah Penambahan Air



Setelah Penambahan Asam



Setelah Proses Ekstraksi



Hasil Produk Sintesis

L.5.2 Hasil Uji Kimia dengan Basa dan Asam

L.5.2.1 Hasil Uji Kimia



(a)



(b)



(c)

L.5.2.2 Hasil Uji Kimia dalam Kloroform



(a)



(b)



(c)



(d)

L.5.2.3 Hasil Uji Kimia dalam Air



(a)



(b)



(c)



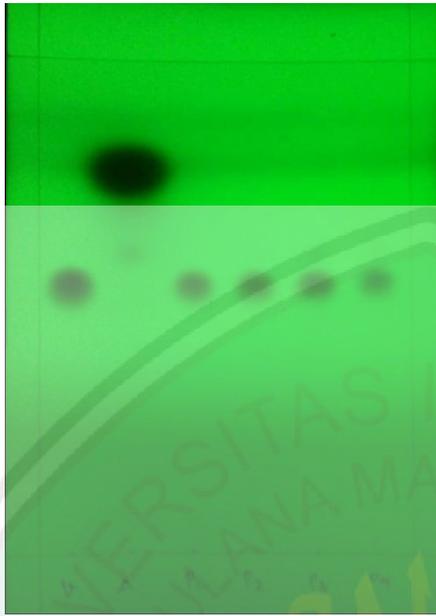
(d)



(e)

L.5.3 Hasil Identifikasi Menggunakan KLT

L.5.3.1 Hasil KLTA

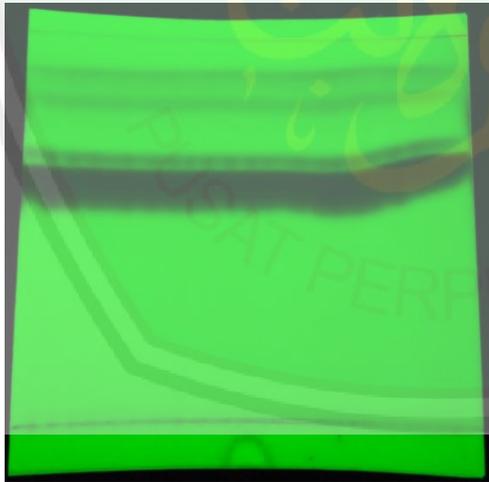


Lampu UV 254 nm

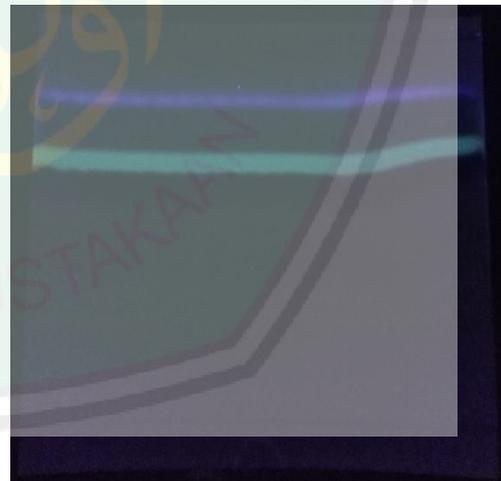


Lampu UV 366 nm

L.5.3.2 Hasil KLTP



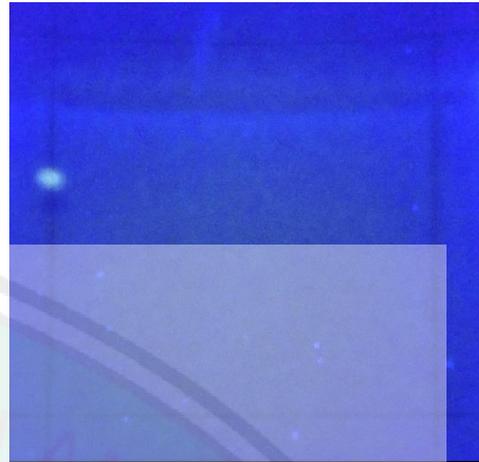
Lampu UV 254 nm



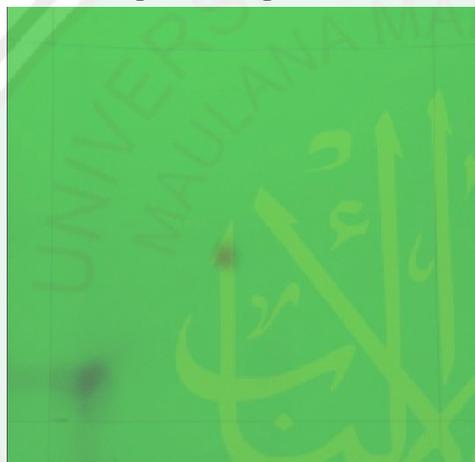
Lampu UV 366 nm

L.5.3.3 Hasil KLT 2D

Eluen 1 pada Lampu UV 254 nm



Eluen 1 pada Lampu UV 366 nm



Eluen 2 pada Lampu UV 254 nm



Eluen 2 pada Lampu UV 366 nm