

**VARIASI WAKTU PENGGERUSAN PADA SINTESIS SENYAWA
TURUNAN KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAWATI FIJRANI
NIM. 14630079



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

**VARIASI WAKTU PENGGERUSAN PADA SINTESIS SENYAWA
TURUNAN KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAWATI FIJRIANI
NIM. 14630079

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

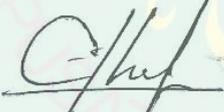
**VARIASI WAKTU PENGGERUSAN PADA SINTESIS SENYAWA
TURUNAN KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAWATI FIJRIANI
NIM. 14630079

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 7 Januari 2019

Pembimbing I


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

Pembimbing II


M. Imamuddin, Lc, M.A
NIP. 197406022009011010

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**


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

**VARIASI WAKTU PENGGERUSAN PADA SINTESIS SENYAWA
TURUNAN KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMAWATI FIJRIANI
NIM. 14630079

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 : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821101 200901 2 007

(.....)

Ketua Penguji : A. Ghanaim Fasya, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 069

(.....)

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

(.....)

Anggota Penguji : M. Imamuddin, Lc, M. A
NIP. 197406022009011010

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Rahmawati Fijriani

NIM : 14630079

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Variasi Waktu Penggerusan Pada Sintesis Senyawa Turunan Kalkon dari Vanilin dan Asetofenon

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 10 Januari 2019

Yang membuat pernyataan,



Rahmawati Fijriani
NIM. 14630079

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT saya akhirnya bisa menyelesaikan tugas akhir ini. Tanpa kehendak-Nya dan dukungan dari orang-orang sekitar, saya tidak dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, saya ingin mempersembahkan tulisan ini untuk:

1. Kedua orang tua saya yang selama ini telah memberikan segala bentuk dukungan mulai dari awal masuk kuliah hingga saya bisa memperoleh gelar sarjana ini. Terima kasih untuk segalanya, mungkin kiranya tulisan ini hanya sebagian kecil hal yang bisa saya persembahkan untuk kalian berdua, karena semua kebaikan kalian berdua takkan bisa terbalas dengan apapun. Semoga kalian berdua diberi kesehatan dan panjang umur, Aamiin...
2. Bapak dan Ibu Dosen, khususnya Bapak Hanapi terima kasih telah membimbing sejauh perjuangan ini. Dan telah menjadi uswatun hasanah bagi saya. Dari bapak saya mendapatkan ilmu yang sangat banyak baik itu ilmu kimia, ilmu agama dan ilmu kehidupan. Semoga segala ilmu yang diberikan menjadikan ladang pahala untuk kesuksesan dan kebahagiaan dunia akhirat. Amiin...
3. Seluruh teman-teman kimia 2014 khususnya Syaifud Dina yang selalu ada saat aku di atas ataupun di bawah. Aku tak bisa memberikan apa-apa selain mendoakan semoga kamu menjadi orang yang sukses dunia dan akhirat. Dan juga kepada tim organik khususnya Alfatchu Srilistiani yang telah menjadi patner dari penelitian ku. Terima kasih untuk segalanya, semoga Allah memberikan keberkahan atas semua kerja keras yang kita lakukan. Semoga cita-cita kalian semua bisa terwujud dan kita semua sukses, Aamiin...

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji bagi Allah atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan Skripsi dengan judul "VARIASI WAKTU PENGGERUSAN PADA SINTESIS SENYAWA TURUNAN KALKON DARI VANILIN DAN ASETOFENON" dengan lancar walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Shalawat serta salam kami haturkan pada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang membimbing kita menuju jalan yang benar yakni jalan yang diridhoi oleh Allah SWT yaitu agama Islam. Penelitian ini bertujuan agar mahasiswa mengetahui dan memahami metode dan hasil rendemen terbesar pada variasi waktu dalam sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon. Sehingga mendapatkan hasil sintesis yang maksimal.

Pada kesempatan kali ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Abi dan Umi tercinta serta keluarga besar. Terima kasih atas segala do'a, kepercayaan, cinta kasih yang tiada henti diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan pencerahan dan penguatan yang sangat berarti bagi penulis.
2. Bapak Prof. Dr. H. Abd Haris, M.Ag, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua jurusan kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Yang telah memberikan bimbingan, motivasi serta arahan kepada penulis dalam penyelesaian penulisan skripsi ini.
4. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc, selaku dosen pembimbing yang senantiasa menyempatkan waktunya dalam memberikan bimbingan, motivasi dan semangat yang tak ada hentinya kepada penulis dari awal penyusunan proposal, penelitian hingga ke tahap akhir kelulusan.

5. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si, selaku konsultan yang senantiasa membimbing serta memberikan solusi dalam permasalahan yang terjadi selama penelitian dan penyusunan skripsi kepada penulis. Sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dan memperoleh pengetahuan serta pengalaman yang sangat berharga.
6. Seluruh dosen jurusan kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, wacana dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Seluruh staf laboratorium Kimia UIN Malang yang telah membantu dan memberikan solusi dari berbagai permasalahan yang ada selama penelitian.
8. Teman-teman seangkatan jurusan kimia UIN Malang khususnya tim organik yang telah banyak membantu, berbagi semangat dan dukungan untuk penulis.
9. Teman-teman asrama Griya Qur'an Islamiyah yang selalu setia mendengarkan keluh kesah penulis dan selalu memberikan dukungan yang tak ada batasnya.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, Oleh karena itu kritik dan saran atas skripsi ini akan diterima dengan senang hati. Akhir kata semoga dengan tersusunnya skripsi ini dapat memberikan manfaat dan masukan baik bagi pembaca dan penulis.

Malang, 10 Januari 2019

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|---------------------------------------------------------------------|------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii |
| HALAMAN PERSETUJUAN | iii |
| LEMBAR ORISINALITAS | iv |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR GAMBAR | x |
| DAFTAR TABEL | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN | xii |
| ABSTRAK | xiii |
| ABSTRACT | xiv |
| الملخص | xv |
| BAB I PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 4 |
| 1.3 Tujuan | 4 |
| 1.4 Batasan Masalah | 5 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 5 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Kalkon | 6 |
| 2.2 Vanilin | 7 |
| 2.3 Asetofenon | 8 |
| 2.4 Reaksi Kondensasi Aldol | 9 |
| 2.5 Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis | 11 |
| 2.6 Karakterisasi Spektrofotometer FTIR | 12 |
| 2.7 Karakterisasi GC-MS | 14 |
| 2.8 Karakterisasi LC-MS | 15 |
| BAB III METODE PENELITIAN | |
| 3.1 Waktu dan Tempat 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 Prosedur Penelitian | 18 |
| 3.5.1 Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon | 18 |
| 3.5.2 Uji Sifat Fisika dan Kimia | 19 |
| 3.5.3 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) | 19 |
| 3.5.3.1 Kromatografi Lapis Tipis Analitik (KLTA) | 19 |
| 3.5.3.2 Kromatografi Lapis Tipis 2 Dimensi (KLT 2-D) | 20 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.5.3.3 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLTP) | 20 |
| 3.5.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis | 21 |
| 3.5.4.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR | 21 |
| 3.5.4.2 Karakterisasi Menggunakan GC-MS | 21 |
| 3.5.4.3 Karakterisasi Menggunakan LC-MS | 22 |
| | |
| BAB IV PEMBAHASAN | |
| 4.1 Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon | 23 |
| 4.2 Uji Sifat Fisika dan Kimia | 26 |
| 4.2.1 Uji Sifat Fisika | 26 |
| 4.2.2 Uji Sifat Kimia | 27 |
| 4.3 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) | 32 |
| 4.3.1 Kromatografi Lapis Tipis Analitik (KLTA) | 32 |
| 4.3.2 Kromatografi Lapis Tipis 2 Dimensi (KLT 2-D)..... | 35 |
| 4.3.3 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLTP) | 36 |
| 4.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis | 37 |
| 4.4.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR | 37 |
| 4.4.1.1 FTIR Produk Hasil Sintesis | 37 |
| 4.4.1.2 FTIR Hasil KLTP..... | 39 |
| 4.4.3 Karakterisasi Menggunakan GC-MS | 40 |
| 4.4.4 Karakterisasi Menggunakan LC-MS | 43 |
| 4.5 Prospektif Islam Terhadap Sintesis Senyawa Turunan Kalkon Menggunakan Metode Penggerusan | 45 |
| | |
| BAB V PENUTUP | |
| 5.1 Penutup..... | 50 |
| 5.2 Saran..... | 51 |
| | |
| DAFTAR PUSTAKA | 52 |
| LAMPIRAN-LAMPIRAN | 56 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 2.1 Struktur Dasar Kalkon | 6 |
| Gambar 2.2 Struktur Kalkon dari 2-hidroksiasetofenon dan dimetoksi benzaldehida..... | 7 |
| Gambar 2.3 Struktur Senyawa Vanilin | 8 |
| Gambar 2.4 Struktur Senyawa Astofenon..... | 8 |
| Gambar 2.5 Mekanisme Reaksi Kondensasi Claisen Schmidt dalam suasana basa | 10 |
| Gambar 2.6 2,5- bis-(4'- hidroksi benzilidin) siklopentanon..... | 15 |
| Gambar 2.7 2,5- <i>bis</i> -(4'-kloro benzilidin) siklopentanon | 15 |
| Gambar 4.1 Mekanisme Reaksi NaOH dan Vanilin Membentuk Garam Vanilin.... | 23 |
| Gambar 4.2 Mekanisme Reaksi Pembentukan Garam Produk | 24 |
| Gambar 4.3 Mekanisme Reaksi Pembentukan Senyawa Target..... | 25 |
| Gambar 4.4 Hasil Uji Kimia Dengan NaOH dan HCl | 28 |
| Gambar 4.5 Reaksi Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan NaOH..... | 28 |
| Gambar 4.6 Mekanisme Reaksi Garam Produk dengan HCl..... | 29 |
| Gambar 4.7 Hasil Uji Kimia dengan Kloroform, NaOH dan HCl..... | 30 |
| Gambar 4.8 Hasil Uji Kimia dengan Air, Kloroform dan NaOH | 31 |
| Gambar 4.9 Hasil KLTA dari Vanilin, Asetofenon dan Produk Hasil Sintesis | 34 |
| Gambar 4.10 Hasil KLT 2 Dimensi Elusi Pertama dan Elusi Kedua | 35 |
| Gambar 4.11 Hasil KLTP | 36 |
| Gambar 4.12 Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis..... | 37 |
| Gambar 4.13 Spektra FTIR Senyawa Vanilin..... | 39 |
| Gambar 4.14 Spektra FTIR Produk Hasil KLTP | 39 |
| Gambar 4.15 Kromatogram Senyawa Produk Hasil Sintesis | 41 |
| Gambar 4.16 Spektra massa Senyawa Produk Hasil Sintesis | 41 |
| Gambar 4.17 Pola Fragmentasi Pertama dari Senyawa Vanilin | 42 |
| Gambar 4.18 Pola Fragmentasi Kedua dari Senyawa Vanilin..... | 43 |
| Gambar 4.19 Kromatogram LC-MS Produk Hasil Sintesis..... | 43 |
| Gambar 4.20 Mekanisme Reaksi Pembentukan senyawa 3-(4-hidroksi-3- metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion | 45 |

DAFTAR TABEL

| | |
|-------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabel 4.1 Massa Produk Hasil Sintesis | 26 |
| Tabel 4.2 Data Pengamatan Uji Sifat Fisika | 27 |
| Tabel 4.3 Hasil Uji Kimia dengan NaOH dan HCl..... | 28 |
| Tabel 4.4 Hasil Uji Kimia dengan Kloroform, NaOH dan HCl | 29 |
| Tabel 4.5 Hasil Uji Kimia dengan Air, Kloroform dan NaOH | 31 |
| Tabel 4.6 Variasi Eluen Dan Variasi Perbandingannya..... | 33 |
| Tabel 4.7 Nilai Rf dan warna spot hasil KLTA | 34 |
| Tabel 4.8 Daerah Bilangan Gelombang Spektra Produk Hasil Sintesis | 38 |
| Tabel 4.9 Interpretasi Spektra FTIR Produk Hasil KLTP | 40 |
| Tabel 4.10 Hasil Identifikasi LC-MS Senyawa | 44 |



DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|-----------------------------------------|----|
| Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian..... | 48 |
| Lampiran 2 Perhitungan..... | 53 |
| Lampiran 3 Dokumentasi..... | 58 |



ABSTRAK

Fijriani, R. 2019. **“Variasi Waktu Penggerusan Pada Sintesis Senyawa Turunan Kalkon dari Vanilin dan Asetofenon”**. Pembimbing 1: Ahmad Hanapi, M.Sc. Pembimbing 2: M. Imamuddin, Lc, M. A. Konsultan: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si.

Kata kunci: Sintesis, kalkon, kondensasi Claisen Schmidt, vanilin, asetofenon.

Kalkon merupakan senyawa golongan flavonoid yang memiliki berbagai aktivitas biologis. Senyawa turunan kalkon dapat disintesis melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt dari vanilin dan asetofenon menggunakan metode penggerusan. Teknik penggerusan dilakukan dengan cara menumbuk reaktan vanilin dan asetofenon dengan katalis basa NaOH dalam mortar secara langsung dengan alu. Pada penelitian ini digunakan variasi waktu penggerusan yaitu 20, 30, 60, 90 dan 120 menit untuk memperoleh rendemen tertinggi. Produk reaksi diasamkan dengan HCl 2M. Identifikasi senyawa menggunakan KLT dengan eluen n-heksan, etil asetat dan kloroform (1:1:1). Karakterisasi produk menggunakan instrument FTIR, GCMS dan LCMS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen terbesar diperoleh pada waktu penggerusan 30 menit dengan rendemen 62,35% berupa padatan berwarna kuning pucat dengan titik leleh 78-80°C. Hasil uji kimia menunjukkan warna oranye pada saat penambahan NaOH dan warna kuning pada saat penambahan HCl. Hasil identifikasi KLT menunjukkan spot berwarna hijau terang dengan Rf 0,64. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan serapan pada gugus OH di daerah 3178 cm⁻¹. Serapan gugus C=O di daerah 1670 cm⁻¹. Dan serapan C=C aromatis di daerah 1596 cm⁻¹ dan didukung oleh adanya serapan overtone di daerah 2000 cm⁻¹. Hasil karakterisasi GCMS menunjukkan satu puncak dengan m/z 151 yang merupakan nilai m/z dari senyawa vanilin. Senyawa target tidak terdeteksi dikarenakan titik didih senyawa yang begitu besar. Hasil karakterisasi LCMS menghasilkan puncak senyawa target pada Rt 3,80 menit dengan m/z 254.

ABSTRACT

Fijriani, R. 2019. The Variation of Grinding in Synthesis of Chalcone Derivative Compounds from Vanillin and Acetophenone, Supervisor 1: Ahmad Hanapi, M.Sc. Supervisor 2: M. Imamuddin, Lc, M. A. Konsultant: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si.

Key Words: Synthesis, Chalcone, Claisen Schmidt condensation, Vanillin, Acetophenone

Chalcone is the form of compound classified as flavonoid functioned as the biological activity, the derivative chalcone can be synthesized through the condensation reaction of Claisen-Schmidt vanillin and acetophenone using the grinding method. The grinding technique is done by pounding vanillin reactant and acetophenone with the NaOH base catalyst in mortar directly with pestle. This research is using the grinding time variation which is 20, 30, 60, 90 and 120 minutes to get the high rendement. The reaction product is acidified with HCl 2M. The compound identification is using KLT with eluent n-hexane, ethyl acetate and chloroform (1:1:1). The characters of product using the instrument of FTIR, GCMS and LCMS.

The research result shows that highest rendement is gotten from the grinding timing 30 minutes with rendement 62,35% in the form of pale yellow colored solids with the melting point 78-80°C. The result of chemical test shows the orange color when adding NaOH and yellow color when adding HCl. The identification result of KLT shows the light green spot with Rf 0,64. The character result of FTIR shows that the absorb in group OH the area of 3178 cm⁻¹. The absorb of group C=O in the area of 1670 cm⁻¹. And the absorb of C=C aromatic in the area 1596 cm⁻¹ and supported by the existence of overtone absorb in the area of 2000 cm⁻¹. The character result GCMS shows that the one peak with m/z 151 which is the form of m/z from vanillin compound. The compound target is not detected because the boiled point of compound is so big. The result of LCMS characterization produces the top of target compound on Rt 3,80 minutes with m/z 254.

الملخص

فجرياني, ر. ٢٠١٩. "نوع الوقت للطحن في التوليف مركب النزول كالكون من فانيلين و أسطوفنون" المشرف: أحمد حناي، الماجستير. المشرف: محمد امام الدين، الماجستير. المستشار: أحمد غنائم فشى, الماجستير

كلمات البحث : التوليف، الكالكون، تكاثف كلايسين شميدت، فانيلين، أسطوفنون.

الكالكون هي مركب الفلافونويد التي لها أنشطة بيولوجية مختلفة. يمكن تصنيع المركب مركب النزول كالكون من خلال تفاعل كلايسين شميدت من فانيلين وأسطوفنون باستخدام طريقة الطحن. إجراء تقنية الطحن بطريقة مزج الفانيلين ومواد مفاعلة أسطوفنون بمحفز قاعدة NaOH في ملاط مباشرة مع مدقة. استخدمت في هذا البحث الاختلافات في وقت الطحن وهي ٢٠، ٣٠، ٦٠، ٩٠، و ١٢٠ دقيقة للحصول على أكبر الإنتاج. يحمض منتج التفاعل مع ٢M HCl. تحديد المركبات باستخدام KLT مع الشايف n-heksan، إيثيل خلات و كلوروفورم (١:١:١). توصيف المنتج باستخدام أجهزة FTIR , GCMS و LCMS.

أظهرت نتائج البحث أن أكبر الإنتاج محصول عليه في وقت طحن ٣٠ دقيقة مع إعادة تشكيل ٦٢,٣٥% على شكل صلب أصفر باهت بنقطة الانصهار من ٧٨-٨٠°C. أظهرت نتائج الاختبار الكيميائي لون البرتقالي عند إضافة NaOH واللون الأصفر عند إضافة HCl. أظهرت نتائج تحديد، KLT بقعة خضراء زاهية مع Rf ٠.٦٤ أظهرت نتائج توصيف FTIR الامتصاص في مجموعات OH مع مساحة ٣١٧٨ cm⁻¹. امتصاص مجموعة C = O في مساحة ١٦٧٠ cm⁻¹. و C = C الامتصاص العطري في مساحة ١٥٩٦ cm⁻¹ ويدعمها وجود امتصاص مفرط في منطقة ٢٠٠٠ cm⁻¹. أظهرت نتائج توصيف GCMS ذرة واحدة مع m/z ١٥١ وهي قيمة m/z لمركبات الفانيلين. لم يكشف المركب الهدف لأن نقطة الغليان المركبة كبيرة جدا. نتائج التوصيف من LCMS تنتج قمم مستخضر الهدف في ٣,٨٠ دقائق مع m/z ٢٥٤.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa kalkon dan turunannya merupakan salah satu dari golongan senyawa flavonoid yang memiliki struktur aromatik terkonjugasi dengan gugus C=C dan C=O (Prabawati, dkk., 2017). Senyawa kalkon banyak diteliti dan banyak ditemukan dalam beberapa tanaman dengan jenisnya yang beragam. Senyawa ini termasuk dalam metabolit sekunder yang memiliki berbagai aktivitas biologis (Mariana, dkk., 2013).

Penyebaran senyawa kalkon di alam sangatlah terbatas. Namun manfaatnya yang sangat banyak, memicu untuk melakukan penelitian dalam mensintesis senyawa kalkon dengan jumlah yang cukup serta variasi yang banyak dengan menggunakan metode reaksi kondensasi Claisen Schmidt (Khaeruni, dkk., 2016). Senyawa kalkon banyak disintesis untuk menghasilkan berbagai senyawa turunannya yang sama-sama memiliki potensi aktivitas biologis dan yang sangat besar dalam dunia obat-obatan seperti antikanker (Saxena, 2007; Harmastuti dkk, 2012; Syam dkk, 2012) dan sebagai antimikroba (Eryanti, dkk., 2009), antioksidan (Suirta, 2016 dan Azizah dkk, 2015) dan juga antibakteri (Prabawati, dkk., 2017).

Senyawa kalkon dapat disintesis melalui metode kondensasi aldol silang atau reaksi kondensasi Claisen Schmidt dari senyawa aldehida aromatik dan keton aromatik yang memiliki H alfa. Senyawa aldehida aromatik jika direaksikan dengan senyawa keton aromatik yang memiliki H alfa seperti asetofenon akan

menghasilkan suatu senyawa kalkon atau turunannya (Palleros, 2004). Reaksi tersebut dapat berlangsung dengan bantuan katalis NaOH dimana ion hidroksida akan menyerang H alfa dari keton aromatik sehingga dihasilkan anion enolat yang akan terkondensasi dengan aldehida aromatik dan menghasilkan senyawa kalkon. (Handayani, 2005).

Arty, dkk (2014) melakukan penelitian optimasi waktu reaksi kondensasi antara vanilin dan p-nitroasetofenon menggunakan metode konvensional atau refluks dengan katalis asam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen tertinggi diperoleh 16,162 % pada optimasi waktu 5 jam. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi kondensasi aldol dalam suasana asam dengan metode refluks dapat terjadi namun dalam jumlah yang sedikit dengan waktu yang sangat lama. Penelitian lain, Budimarwanti, dkk (2010) juga melakukan penelitian sintesis 2-hidroksikalkon menggunakan katalis asam dan basa dengan metode konvensional atau refluks. Pada hasil sintesis dengan katalis asam tidak terbentuk kristal yang mengindikasikan senyawa kalkon tidak terbentuk. Sedangkan hasil sintesis yang menggunakan katalis basa diperoleh kristal berwarna oranye dengan rendemen hasil sintesis 31,22 %. Berdasarkan hasil penelitian tersebut dalam sintesis kalkon lebih efektif menggunakan katalis basa.

Beberapa penelitian lainnya mencoba melakukan sintesis kalkon dengan katalis basa menggunakan metode penggerusan (Faridz, 2009). Ulum (2016) dapat mensintesis senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on menggunakan metode penggerusan selama 15 menit dengan rendemen sebesar 55,86 %. Prabawati, dkk (2017), juga telah melakukan penelitiannya dalam mensintesis senyawa kalkon 3-metoksi-4-hidroksikalkon menggunakan bahan

vanilin, asetofenon dan NaOH dengan teknik penggerusan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa kalkon terbentuk dengan adanya kristal berwarna oranye dengan titik leleh 58 – 59 °C setelah proses penggerusan sekitar 25 menit. Sedangkan Fitriyani (2015) melakukan sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan variasi jenis dan konsentrasi katalis basa melalui kondensasi Claisen Schmidt dengan teknik penggerusan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen terbaik sebesar 78,9 % berupa kristal berwarna kuning dengan proses penggerusan selama 90 menit.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah disebutkan, dapat dilihat bahwa pada umumnya metode penggerusan dalam sintesis kalkon memberikan rendemen yang lebih besar dengan variasi waktu penggerusan yang berbeda-beda dibanding metode konvensional atau refluks. Sehingga dibutuhkan metode dan waktu reaksi penggerusan yang tepat untuk mendapatkan hasil sintesis yang maksimal. Metode penggerusan memiliki beberapa kelebihan diantaranya, mudah dilakukan yaitu dengan cara menumbuk reaktan dalam mortar secara langsung. Selain itu dapat meminimalisir dalam penggunaan pelarut yang tidak ramah lingkungan. Sehingga limbah yang dihasilkan dari proses sintesis lebih minimalis. Hal ini telah dijelaskan dalam aqur'an surat Ar-Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar) (QS. Ar-Ruum: 41)”.

Sesuai dengan ayat yang telah dijelaskan bahwa metode penggerusan ini merupakan langkah awal dalam usaha mengurangi kerusakan alam. Selain itu, hasil rendemen yang diperoleh dari metode ini juga maksimal dengan waktu yang efisien (Prabawati, dkk., 2017).

Berdasarkan alasan tersebut dan hasil penelitian sebelumnya maka diperlukan adanya penelitian dalam sintesis senyawa kalkon dari vanilin dan asetofenon menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu untuk mengetahui rendemen terbesar. Hasil sintesis dengan rendemen terbesar selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, GCMS (Azizah, dkk., 2015) dan LCMS (Hapsari, dkk., 2018).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang maka diperoleh rumusan masalah yaitu

1. Bagaimana hasil identifikasi dan karakterisasi sintesis senyawa turunan kalkon menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu?
2. Bagaimana hasil rendemen dari variasi waktu penggerusan pada sintesis kalkon dari vanilin dan asetofenon?

1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah, tujuan penelitian ini adalah

1. Untuk mengetahui hasil identifikasi dan karakterisasi sintesis senyawa kalkon menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu.
2. Untuk mengetahui hasil rendemen dari variasi waktu penggerusan pada sintesis kalkon dari vanilin dan asetofenon.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini antara lain adalah:

1. Sintesis senyawa dilakukan menggunakan katalis basa NaOH
2. Sintesis senyawa dilakukan menggunakan teknik penggerusan dengan temperatur kamar dalam variasi waktu 20, 30, 60, 90 dan 120 menit
3. Hasil sintesis diidentifikasi menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT)
4. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR, GCMS dan LCMS.
5. Perbandingan komposisi vanilin, asetofenon dan katalis basa NaOH adalah (1:1:3)

1.5 Manfaat

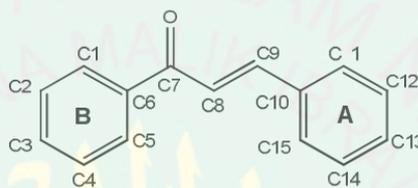
Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan pengetahuan tentang sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu yang lebih ekonomis, mudah dan ramah lingkungan.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

2.1 Kalkon

Kalkon adalah golongan senyawa flavonoid yang memiliki α , β -keton tak jenuh dan dua struktur cincin fenil terkonjugasi. Struktur dasar kalkon dapat dilihat pada Gambar 2.1 (Rahman, 2011).

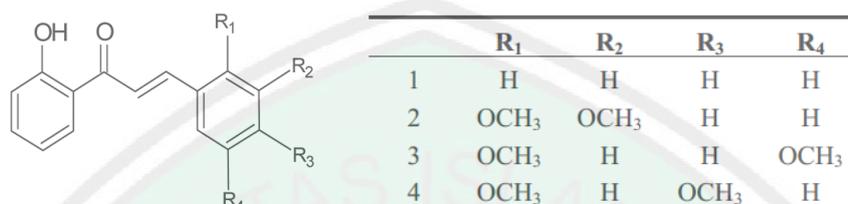


Gambar 2.1 Struktur dasar kalkon

Kalkon dapat ditemui di beberapa tanaman dan keberadaannya di alam sangatlah terbatas dibanding senyawa-senyawa flavonoid lainnya. Kalkon memiliki manfaat yang mampu menarik perhatian secara luas karena memiliki berbagai aktivitas farmakologis dan bermanfaat sebagai pengembangan obat baru dengan toksisitas yang rendah (Rahman, 2011). Aktivitas farmakologis kalkon diantaranya, antikanker (Saxena, 2007; Harmastuti dkk, 2012; Syam dkk, 2012), antimikroba (Eryanti dkk, 2009), antioksidan (Suirta, 2016 dan Azizah dkk, 2015) dan juga antibakteri (Prabawati dkk, 2017). Sehingga sintesis kalkon di laboratorium banyak dilakukan dalam bidang organik maupun untuk ahli kimia obat (Rahman, 2011).

Kalkon dapat disintesis di laboratorium menggunakan reaksi kondensasi aldol silang atau Claisen Schmidt. Metode ini sangat sederhana dan mudah dilakukan serta murah (Siddiqui, dkk., 2010). Kalkon lebih mudah terbentuk

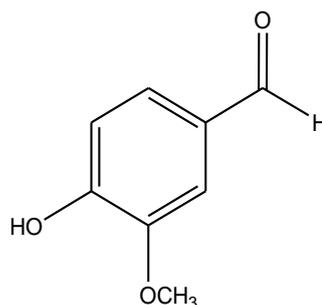
dalam suasana basa (Achmad, 1986). Echeverria, dkk (2009) mensintesis kalkon melalui reaksi kondensasi Claisen Schmidt dari 2-hidroksiasetofenon dan dimetoksibenzaldehida yang tersubstitusi. Hasil sintesis menunjukkan terbentuknya struktur kalkon seperti pada Gambar 2.2 (Echeverria, dkk., 2009).



Gambar 2.2 Struktur kalkon dari 2-hidroksiasetofenon dan dimetoksi benzaldehida

2.2 Vanilin

Vanilin merupakan bahan dasar yang biasa digunakan dalam sintesis organik. Vanilin adalah kristal tak berwarna berbentuk jarum yang memiliki titik leleh 77,9 °C, titik didih 285 °C, massa jenis 1,056 g/mL dan berat molekul 152,15 g/mol. Vanilin larut dalam pelarut organik seperti eter, alkohol, kloroform dan asam asetat. Sedikit larut dalam pelarut air (Mulyono, 2006). Vanilin adalah kelompok fenol dengan nilai pKa 7,38 (SIDS Dossier, 1996). Senyawa ini memiliki struktur aldehida aromatik, gugus karbonil, hidroksil dan metoksi dengan rumus molekul C₈H₈O₃. Namun senyawa ini tidak memiliki atom H alfa pada strukturnya (Arty, dkk., 2014). Struktur dari vanilin dapat dilihat pada Gambar 2.3 (Budimarwanti, 2007).

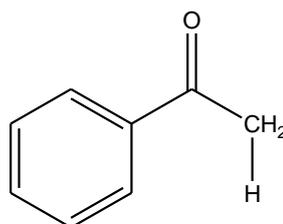


Gambar 2.3 Struktur senyawa vanilin

Senyawa alam vanilin banyak digunakan oleh masyarakat atau industri sebagai *flavouring agent* pada makanan. Selain itu vanilin dilaporkan memiliki manfaat sebagai antimikroba dan antioksidan di bidang pengawetan makanan (Budimarwanti, 2007).

2.3 Asetofenon

Asetofenon merupakan senyawa yang biasa digunakan untuk bahan dasar sintesis senyawa organik. Asetofenon memiliki rumus molekul C_8H_8O dengan struktur keton aromatik. Zat cair tidak berwarna dan berbau tajam. Senyawa ini mendidih pada suhu $202\text{ }^{\circ}\text{C}$, melebur pada suhu $-45,7\text{ }^{\circ}\text{C}$, massa jenis $1,03\text{ g/mL}$ dan berat molekul $120,15\text{ g/mol}$ (Mulyono, 2006). Senyawa asetofenon memiliki nilai pK_a 19 (Sykes, 1989). Asetofenon larut dalam pelarut organik seperti eter, alkohol, kloroform, lemak dan gliserol. Struktur Asetofenon ditunjukkan pada Gambar 2.4 (Sumardjo, 2009).



Gambar 2.4 Struktur senyawa astofenon

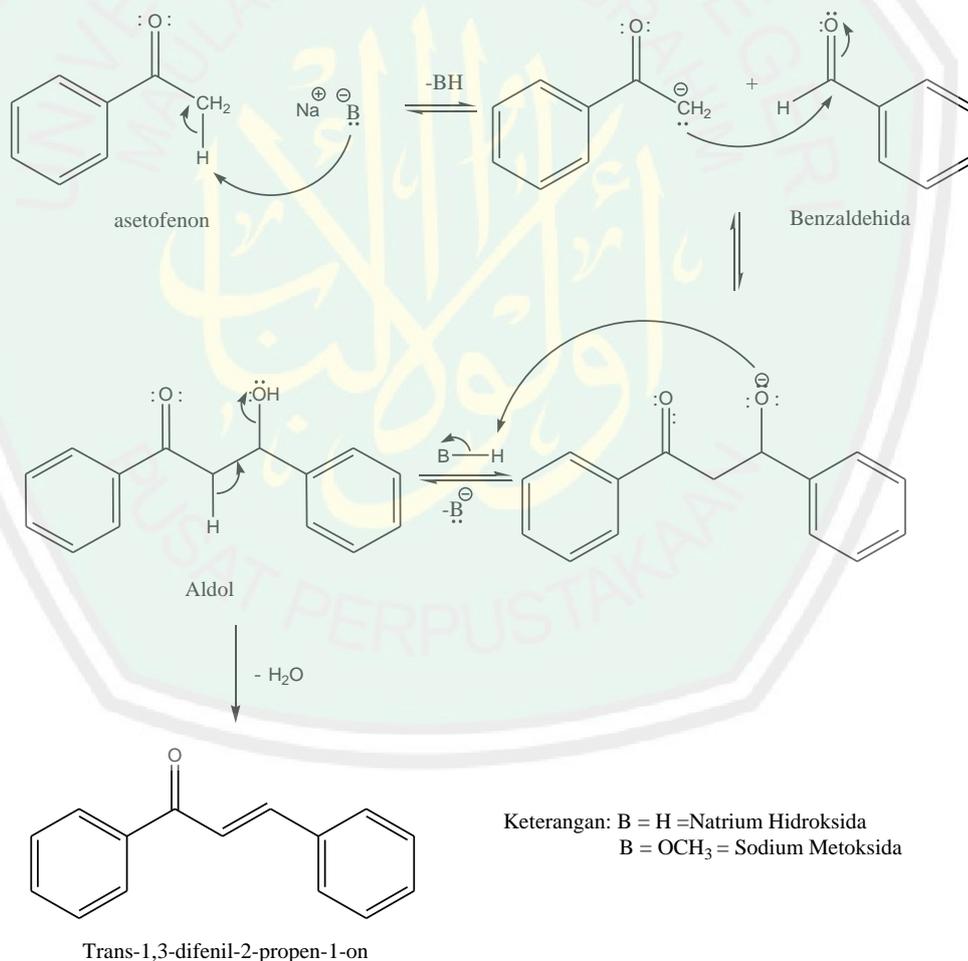
2.4 Reaksi Kondensasi Aldol

Kondensasi aldol adalah reaksi organik antara dua senyawa yang sejenis. Senyawa aldehida dengan senyawa aldehida lainnya, senyawa keton dengan senyawa keton lainnya. Dalam suasana basa, aldehida atau keton akan membentuk anion enolat dengan konsentrasi rendah. Anion enolat akan bereaksi dengan aldehida atau keton pasangannya yang sejenis menghasilkan suatu senyawa aldol. Senyawa aldol memiliki ikatan rangkap terkonjugasi dengan gugus karbonilnya yang menjadikan senyawa aldol mudah mengalami dehidrasi. Dehidrasi secara spontan terjadi saat ikatan rangkap dalam senyawa aldol berkonjugasi dengan gugus aromatik (Fessenden, 1982).

Reaksi kondensasi aldol silang merupakan reaksi silang antara senyawa aldehida atau keton dengan senyawa karbonil dari aldehida atau keton lainnya yang memiliki H alfa. Reaksi ini dikenal dengan reaksi kondensasi Claisen Schmidt. Reaksi ini dapat terjadi dengan bantuan katalis basa NaOH. Dimana Ion hidroksida akan menyerang H alfa dari suatu senyawa keton membentuk anion enolat yang teresonansi. Senyawa nukleofil oleh anion enolat yang teresonansi akan menyerang senyawa C karbonil dari aldehida. Hasil produk mengalami dehidrasi sehingga menghasilkan senyawa tak jenuh (Fessenden, 1982).

Penelitian yang dilakukan oleh Khaeruni, dkk (2016) pada sintesis Trans 1,3-difenil-2-propen-1-on menggunakan reaksi kondensasi aldol silang atau Claisen Schmidt dengan katalis basa. Bahan dasar yang digunakan adalah benzaldehida dan asetofenon. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan antara senyawa benzaldehida yang memiliki struktur aldehida aromatik dengan asetofenon yang memiliki struktur keton aromatik dalam suasana basa. Senyawa

keton aromatik yang memiliki H alfa dalam suasana basa membentuk anion enolat stabil. Anion enolat kemudian menyerang C karbonil dari aldehida aromatik pada senyawa benzaldehida membentuk senyawa aldol. Selanjutnya senyawa aldol akan mengalami dehidrasi secara spontan menghasilkan senyawa Trans-1,3-difenil-2-propen-1-on. Produk yang diperoleh berupa padatan berwarna kuning muda. Hasil rendemen didapatkan 23,7 % pada penggunaan katalis NaOCH_3 dan 25 % pada penggunaan katalis NaH . Mekanisme yang terjadi pada reaksi kondensasi Claisen Schmidt dari benzaldehida dan asetofenon ditunjukkan pada Gambar 2.5 (Khaeruni, dkk., 2016).



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi kondensasi Claisen Schmidt dalam suasana basa

Produk kondensasi Claisen sering bercampur dengan produk Adisi Michael akibat penyerangan produk Claisen Schmidt oleh anion enolat sisa. Sehingga menghasilkan suatu produk samping yang tidak diharapkan. Azizah, dkk (2015) dalam mensintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon menghasilkan suatu produk samping berupa senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion. Harapannya anion enolat dari asetofenon hanya menyerang senyawa vanilin. Namun anion enolat yang tersisa menyerang produk senyawa target itu sendiri. Hal ini dibuktikan dari data spektra massa yang telah diperoleh nilai m/z 374 yang menunjukkan berat molekul dari senyawa produk samping 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion.

Sintesis senyawa organik melalui reaksi kondensasi Claisen Schmidt dapat dilakukan menggunakan teknik penggerusan yang sangat sederhana dengan waktu yang relatif cepat. Serta ramah lingkungan karena mengurangi penggunaan pelarut yang berbahaya bagi lingkungan (Prabawati, dkk.,2017). Fitriyani (2015) mensintesis 3-metoksi -4-hidroksikalkon melalui reaksi kondensasi Claisen Schmidt menggunakan teknik penggerusan. Hasil sintesis diperoleh rendemen sebesar 78,9 % berupa padatan berwarna kuning dengan titik leleh 182 - 184 °C. Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa senyawa kalkon dapat terbentuk melalui reaksi kondensasi Claisen Schmidt dengan teknik penggerusan.

2.5 Identifikasi Senyawa Hasil Sintesis

Produk sintesis diidentifikasi menggunakan metode KLT (kromatografi lapis tipis). Prinsip metode ini adalah pemisahan berdasarkan perbedaan distribusi dari senyawa-senyawa campuran antara fasa diam dan fasa geraknya. Identifikasi

menggunakan KLT bertujuan untuk mengetahui suatu komponen senyawa dalam campuran berdasarkan nilai Rf-nya (Day dan Underwood, 2002).

Nilai Rf merupakan indikasi suatu identifikasi suatu senyawa. Nilai Rf yang diperoleh hasil identifikasi dibandingkan dengan nilai Rf standar. Identifikasi nilai Rf yang sama dengan standar, maka memiliki karakteristik yang sama juga atau bisa mirip. Bila nilai Rf hasil identifikasi berbeda jauh dengan standar maka dapat dikatakan senyawanya juga berbeda. Nilai Rf dapat dihitung dengan rumus berikut (Day dan Underwood, 2002):

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh substansi}}{\text{Jarak yang ditempuh oleh pelarut}}$$

Azizah, dkk (2015) mengidentifikasi senyawa 3-(4-hidroksi-3 metoksifenil)-1-fenil-2-propen-1-on dengan KLT menggunakan eluen kloroform. Hasil penelitian menunjukkan nilai Rf produk sebesar 0,5625. Arty, dkk (2014) juga menggunakan KLT sebagai identifikasi kemurnian produk senyawa kalkon dengan variasi waktu reaksi 3, 5 dan 7 jam. eluen yang digunakan adalah campuran etil asetat : n-heksana (1:4). Hasil penelitian diperoleh nilai Rf pada waktu reaksi 3, 5 dan 7 jam secara berturut-turut sebesar (-), 0,511 dan 0,53.

2.6 Karakterisasi Spektrofotometer FTIR (*fourier transform infra red*).

Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR (*fourier transform infra red*). Spektrofotometer FTIR untuk mendeteksi gugus fungsional dari senyawa target, mengidentifikasi senyawa, dan menganalisis senyawa dalam campuran. Spektrum hasil analisis FTIR menunjukkan letak pita absorpsi yang dikaitkan dengan adanya gugus fungsional tertentu (Day dan Underwood, 2002).

Radiasi yang diserap oleh senyawa menghasilkan suatu serapan gelombang infra merah. Hasil Serapan gelombang tergantung pada gugus fungsi suatu senyawa yang dianalisis. Hasil analisis spektrum FTIR pada sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon terdapat serapan pada daerah $3371,57 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus fungsi -OH . Serta muncul serapan pada bilangan gelombang $2831,5 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus $\text{Csp}^2\text{-H}$, dan adanya gugus aromatik dibuktikan dengan adanya serapan pada daerah $1581,63 \text{ cm}^{-1}$ (Prabawati, dkk., 2017).

Azizah, dkk (2015) mengkarakterisasi senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon menggunakan FTIR. Hasil spektrum menghasilkan serapan pada bilangan gelombang 3420 cm^{-1} yang menunjukkan gugus fungsi -OH , 1654 cm^{-1} yang menunjukkan gugus fungsi keton C=O , 2936 cm^{-1} dan 3066 cm^{-1} yang menunjukkan gugus fungsi $\text{Csp}^2\text{-H}$ dan juga terdapat serapan pada bilangan gelombang 1584 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus aromatik dalam senyawa tersebut. Ciri khas adanya senyawa kalkon atau turunannya adalah memiliki ikatan tak jenuh $\text{Csp}^2\text{-H}$, gugus aromatik, gugus keton dan hilangnya gugus aldehida dari vanilin yang merupakan reaktan dari sintesis 3-metoksi-4-hidroksikalkon.

Fauzi'ah, dkk (2016) mengkarakterisasi produk sintesis kalkon dengan FTIR. Hasil spektra menunjukkan produk kalkon telah terbentuk. Hal ini ditandai dengan adanya serapan di daerah 1653 cm^{-1} yang menunjukkan gugus karbonil C=O dari keton aromatik. Terdapat serapan juga di daerah 1242 dan 1035 cm^{-1} yang merupakan adanya gugus ester dari metoksi. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi kondensasi telah terjadi.

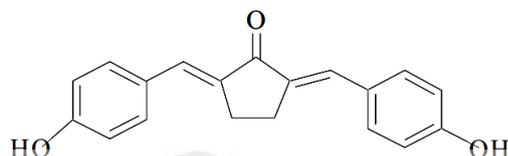
2.7 Karakterisasi GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*)

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan GCMS. Tujuan karakterisasi dengan GCMS adalah untuk membuktikan adanya senyawa target yang terkandung dalam sampel (Azizah, dkk., 2015). GCMS adalah instrument gabungan dari GC dan MS dengan fungsi masing-masing. Prinsip dari GC adalah pemisahan campuran senyawa berdasarkan kecepatan migrasi komponen-komponen penyusunnya menggunakan fasa gerak berupa gas (Fessenden, 1991). Sedangkan MS berfungsi untuk mendeteksi massa berdasarkan nilai m/z dari senyawa yang telah dipisahkan oleh GC berupa fragmen-fragmen. Massa fragmen adalah petunjuk berat molekul dan struktur dari senyawa yang terkandung sampel (Fessenden, 1982).

Jumlah peak atau puncak menunjukkan jumlah senyawa dalam sampel. Hasil karakterisasi sintesis senyawa kalkon dibuktikan menggunakan GCMS yang memberikan 2 puncak. Puncak 1 memiliki waktu retensi 12,510 dan % area 6,36 %. Puncak 2 memiliki waktu retensi 50,360 % dan % area 93,64 %. Pada data MS diperoleh nilai m/z sebesar 208. Berdasarkan hasil yang diperoleh, dapat diketahui struktur senyawa produk merupakan struktur dari senyawa kalkon (Suirta, 2016). Azizah, dkk (2015) mengkarakterisasi 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan GCMS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa produk hasil sintesis mengandung senyawa target 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan persen hasil terbaik sebesar 76,56 % serta kemurnian diperoleh 87,02 %.

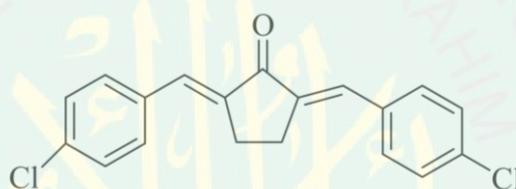
Pudjono, dkk (2008) membuktikan struktur produk hasil sintesis 2,5- bis-(4'- hidroksi benzilidin) siklopentanon dan 2,5-bis-(4'-kloro benzilidin) siklopentanon menggunakan MS. Hasil penelitian Spektra MS 1 menunjukkan

berat molekul m/z 292 yang menunjukkan berat molekul dari $C_{19}H_{16}O_3$ (senyawa target). Struktur dari rumus molekul $C_{19}H_{16}O_3$ dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 2,5- bis-(4' - hidroksi benzilidin) siklopentanon

Pada Spektra SM 2 diperoleh berat molekul m/z 392 yang menunjukkan berat molekul dari $C_{19}H_{14}Cl_2O$. Struktur dari $C_{19}H_{14}Cl_2O$ dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 2,5-*bis*-(4'-kloro benzilidin) siklopentanon

2.8 Karakterisasi LCMS (*Liquid Chromatography Mass Spectrometry*)

Karakterisasi menggunakan LCMS adalah untuk mendeteksi senyawa yang terkandung dalam produk hasil sintesis. Kelebihan dari instrument LCMS adalah dapat mendeteksi senyawa yang bersifat nonvolatil dengan berat molekul yang tinggi. LCMS juga dapat digunakan untuk senyawa-senyawa yang memiliki titik didih tinggi seperti senyawa kalkon dan turunannya (Williams dan Flaming, 1997).

Hapsari, dkk (2018) mensintesis senyawa turunan kalkon 4-hidroksi-3-metilkalkon dan 4-hidroksi-3-metoksikalkon. Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrument LCMS. Hasil penelitian menunjukkan pada senyawa 4-

hidroksi-3-metilkalkon muncul pucak pada kromatogram dengan waktu retensi 2,6 menit dan nilai m/z pada spektra massa 238. Sedangkan senyawa 4-hidroksi-3-metoksikalkon muncul puncak pada kromatogram dengan waktu retensi 3,8 menit dengan nilai m/z pada spektra massa 254.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas arloji, spatula, neraca analitik, mortar dan alu jenis keramik, pipet ukur 1 mL, beaker glass 50 mL, pipet ukur 10 mL, erlenmeyer 50 mL, labu ukur 50 mL, pipet tetes, kertas saring, corong, bola hisap, corong pisah, botol semprot, statif, desikator, pengaduk gelas, tabung reaksi, oven, plat KLT GF₂₅₄, *chamber*, *melting point apparatus* (MPA), pipa kapiler, thermometer, spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer FTIR, dan GCMS.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aseton teknis, vanilin p.a Merck, asetofenon p.a Merck, NaOH p.a, akuades, HCl 2M, kloroform, etanol, nitrogen, n-heksana, etil asetat dan KBr.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan uji eksperimental di laboratorium. Sintesis senyawa kalkon dilakukan dengan mereaksikan reaktan vanilin dan asetofenon

menggunakan katalis basa berupa padatan NaOH dengan perbandingan variasi waktu penggerusan. Senyawa target diuji sifat fisika, kimia dan titik leleh menggunakan *melting point apparatus*. Kemudian diidentifikasi menggunakan KLT dan dikarakterisasi menggunakan instrument spektrofotometer FTIR GCMS dan LCMS

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa kalkon dilakukan dengan mereaksikan vanilin dan asetofenon menggunakan katalis basa NaOH dengan variasi waktu penggerusan 20, 30, 60, 90 dan 120 menit melalui reaksi kondensasi Claisen Schmidt
2. Uji Sifat fisika dan kimia
3. Identifikasi menggunakan KLT
4. Karakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR, GCMS dan LCMS

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon (Rahman, dkk., 2012)

Vanilin sebanyak 2,5 mmol (0,38 g), NaOH sebanyak 7,5 mmol (0,29 g) dan asetofenon sebanyak 2,5 mmol (0,29 mL) dimasukkan ke dalam mortar jenis keramik. Campuran digerus di dalam mortar menggunakan alu pada temperatur ruang dengan variasi waktu penggerusan selama 20, 30, 60, 90, dan 120 menit dan didiamkan selama 1 jam. Pasta yang terbentuk ditambahkan aquades sebanyak 10 mL. Kemudian diasamkan dengan HCl 2M setetes demi tetes hingga berwarna kuning sempurna dan terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk disaring dan

dikeringkan. Jika tidak terbentuk endapan diekstraksi menggunakan pelarut kloroform dengan corong pisah. Setelah dikocok didiamkan sampai terbentuk dua fasa. Fasa organik pada lapisan bawah diambil dan diuapkan pelarutnya menggunakan nitrogen sampai benar-benar kering. Padatan yang diperoleh dimasukkan dalam desikator kemudian ditimbang. Hasil senyawa produk diuji sifat fisika dan kimia, diidentifikasi menggunakan KLT. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR, GCMS dan LCMS

3.5.2 Uji Sifat Fisika dan Kimia

Uji sifat fisika meliputi pengamatan bentuk, warna, titik leleh dan kelarutan. Uji titik leleh senyawa menggunakan *melting point apparatus*. Uji kelarutan produk hasil sintesis menggunakan aquadest, kloroform dan etanol. Uji sifat kimia produk hasil sintesis dilakukan dengan mereaksikan produk hasil sintesis dengan NaOH 2M dan HCl 2M. Dan diamati perubahan warnanya.

3.5.3 Identifikasi Menggunakan KLT (Kromatografi Lapis Tipis)

3.5.3.1 KLTA (Kromatografi Lapis Tipis Analitik)

Plat KLT silica GF₂₅₄ berukuran 10 x 10 cm dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 20 menit. Masing-masing senyawa hasil sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform ditotolkan pada plat KLT sebanyak 2 totolan dengan jarak 1 cm dari tepi bawah plat menggunakan pipa kapiler. Plat dimasukkan dalam *chamber* yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Eluen yang digunakan adalah n-heksa : etil asetat : kloroform dengan perbandingan 1:1:1. Selanjutnya plat silika diangkat saat pelarut telah mencapai 1 cm sebelum batas akhir. Plat dikeringkan dan disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang

254 dan 366 nm. Spot yang terbentuk dari masing-masing totolan diamati dan dibandingkan dengan spot reagen dan dihitung nilai Rf masing-masing spot.

3.5.3.2 KLT 2-D (Kromatografi Lapis Tipis 2 Dimensi)

Plat KLT silika GF₂₅₄ berukuran 10 x 10 cm dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C Selama 20 menit. Produk hasil sintesis yang memiliki nilai rendemen tertinggi dilarutkan dalam pelarut kloroform dan ditotolkan sebanyak 3 kali totolan pada plat KLT dengan jarak 1 cm tepi bawah dan 1 cm tepi kiri. Plat dimasukkan dalam *chamber* yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Eluen yang digunakan adalah n-heksa : etil asetat : kloroform dengan perbandingan 1:1:1. Selanjutnya plat silika diangkat saat pelarut telah mencapai 1 cm sebelum batas akhir. Plat dikeringkan dan disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 dan 366 nm. Plat dimasukkan kembali ke dalam *chamber* yang berisi eluen yang telah dijenuhkan dengan posisi tepi kiri pada elusi pertama diputar 90° menjadi berada di tepi bawah secara vertikal. Eluen yang digunakan adalah kloroform dan etil asetat (9 :1). Selanjutnya plat silika diangkat saat pelarut telah mencapai 1 cm sebelum batas akhir. Plat dikeringkan dan disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 dan 366 nm.

3.5.3.3 KLTP (Kromatografi Lapis Tipis Preparatif)

Plat KLT silika GF₂₅₄ berukuran 10 x 10 cm dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C Selama 20 menit. Produk hasil sintesis yang memiliki nilai rendemen tertinggi dilarutkan dalam pelarut kloroform hingga 1000 ppm. Kemudian ditotolkan pada plat KLT dari jarak 1 cm tepi kiri dan 1 cm tepi bawah beruntun ke kanan hingga 1 cm sebelum tepi kanan. Ulangi totolan sebanyak 10 kali dari tepi kiri ke kanan. Plat dimasukkan dalam *chamber* yang berisi eluen

yang telah dijenhkan. Eluen yang digunakan adalah n-heksa : etil asetat : kloroform dengan perbandingan 1:1:1. Selanjutnya plat silika diangkat saat pelarut telah mencapai 1 cm sebelum batas akhir. Plat dikeringkan dan disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 dan 366 nm. Spot yang berwarna yang dianggap senyawa baru (produk) dikerok dan dilarutkan dalam kloroform kemudian di vortex dan di sentrifuge. Supernatan yang diperoleh diambil dan diuapkan pelarutnya. Kemudian padatan yang didapatkan dianalisa menggunakan FTIR.

3.5.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

3.5.4.1 Karakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR

Produk hasil sintesis dan produk hasil KLTP dikarakterisasi menggunakan FTIR. Produk dicampurkan dengan KBr dan digerus dalam mortar agate. Selanjutnya dipress. Pelet yang terbentuk diletakkan dalam sampel holder instrument FTIR dan diukur dalam rentang $4000-400\text{ cm}^{-1}$. Hasil spektrum FTIR senyawa produk dibandingkan dengan spektrum FTIR senyawa vanilin.

3.5.4.2 Karakterisasi menggunakan GCMS

Sebanyak 1 mikroliter senyawa produk hasil sintesis yang telah dilarutkan dalam kloroform diinjeksikan ke dalam instrument GCMS menggunakan *syringe* dan dianalisis. Hasil kromatogram yang diperoleh dibandingkan dengan standard.

Kondisi operasional alat GCMS:

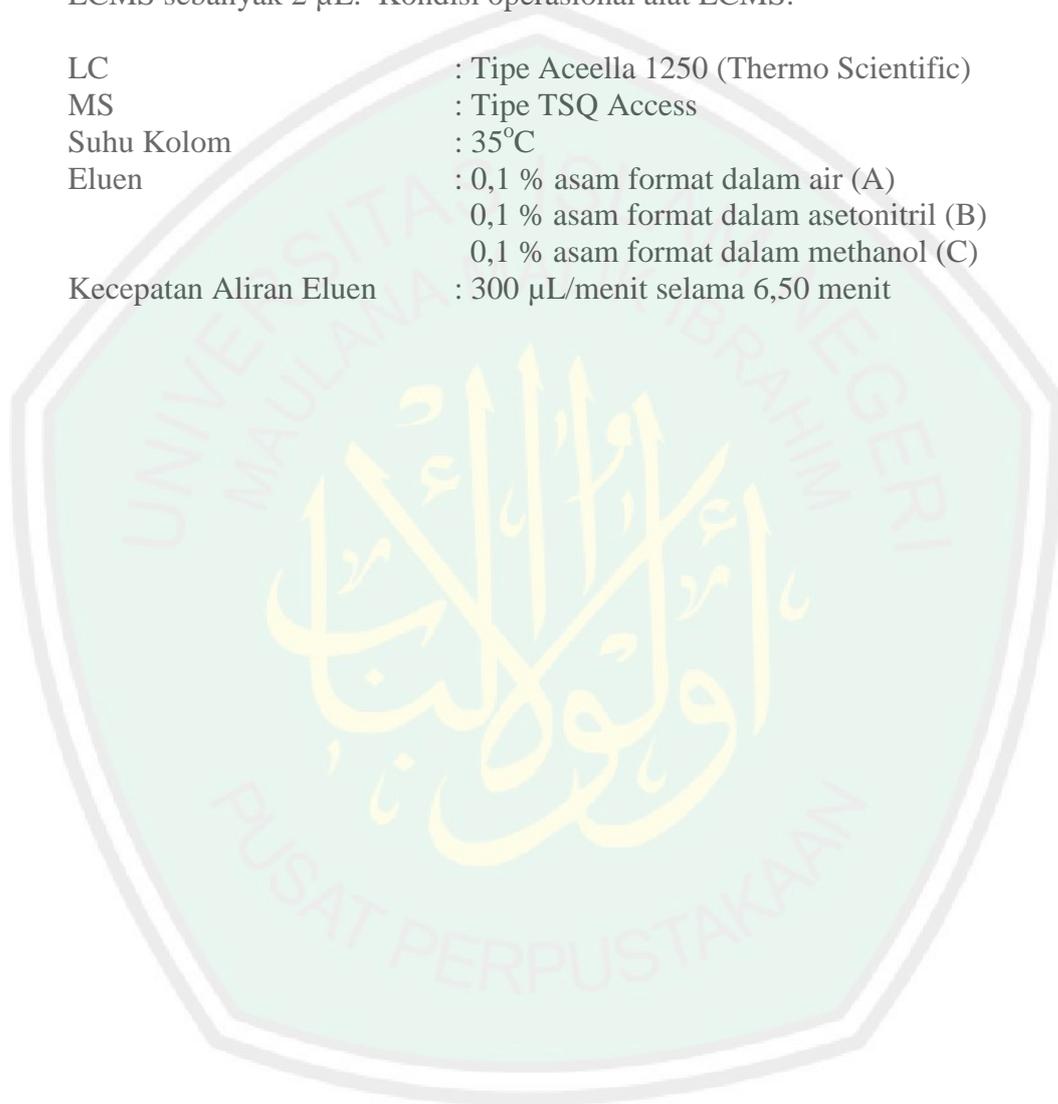
GCMS-QP2010S SHIMADZU

Jenis Kolom : AGILENTJ %W DB-1 VF – 5MS
Panjang Kolom : 30 meter
Detektor : QP 2010
Oven : Terprogram 100°C (5 menit) – 290 °C (50 menit)
Temperatur Injektor : 310 °C
Tekanan Gas : 20 kPa
Kecepatan Aliran Gas : 0.49 mL/menit (konstan)

3.5.4.3 Karakterisasi menggunakan LCMS

Produk hasil sintesis yang memiliki nilai rendemen tertinggi yaitu pada produk penggerusan 30 menit dikarakterisasi menggunakan LCMS. Produk hasil sintesis yang telah dilarutkan dalam pelarut metanol diinjeksikan ke dalam alat LCMS sebanyak 2 μ L. Kondisi operasional alat LCMS:

| | |
|------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| LC | : Tipe Aceella 1250 (Thermo Scientific) |
| MS | : Tipe TSQ Access |
| Suhu Kolom | : 35°C |
| Eluen | : 0,1 % asam format dalam air (A) 0,1 % asam format dalam asetonitril (B) 0,1 % asam format dalam methanol (C) |
| Kecepatan Aliran Eluen | : 300 μ L/menit selama 6,50 menit |



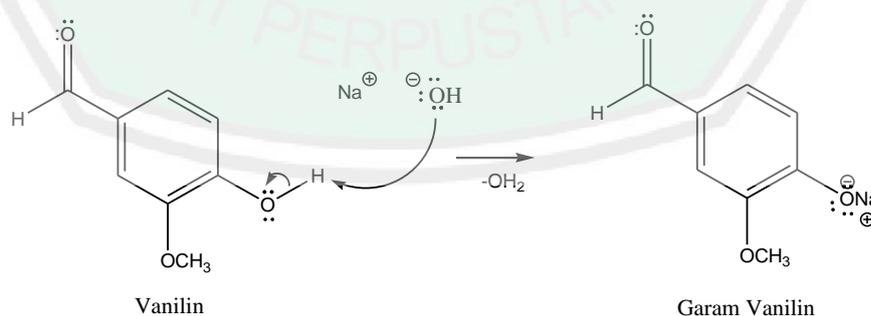
BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon

Sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dari vanilin dan asetofenon melalui reaksi Claisen Schmidt dilakukan menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu 20 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit. Katalis yang digunakan adalah NaOH dengan perbandingan mol masing-masing antara vanilin, asetofenon dan NaOH adalah 1:1:3. Produk yang diperoleh berupa serbuk berwarna kuning pucat.

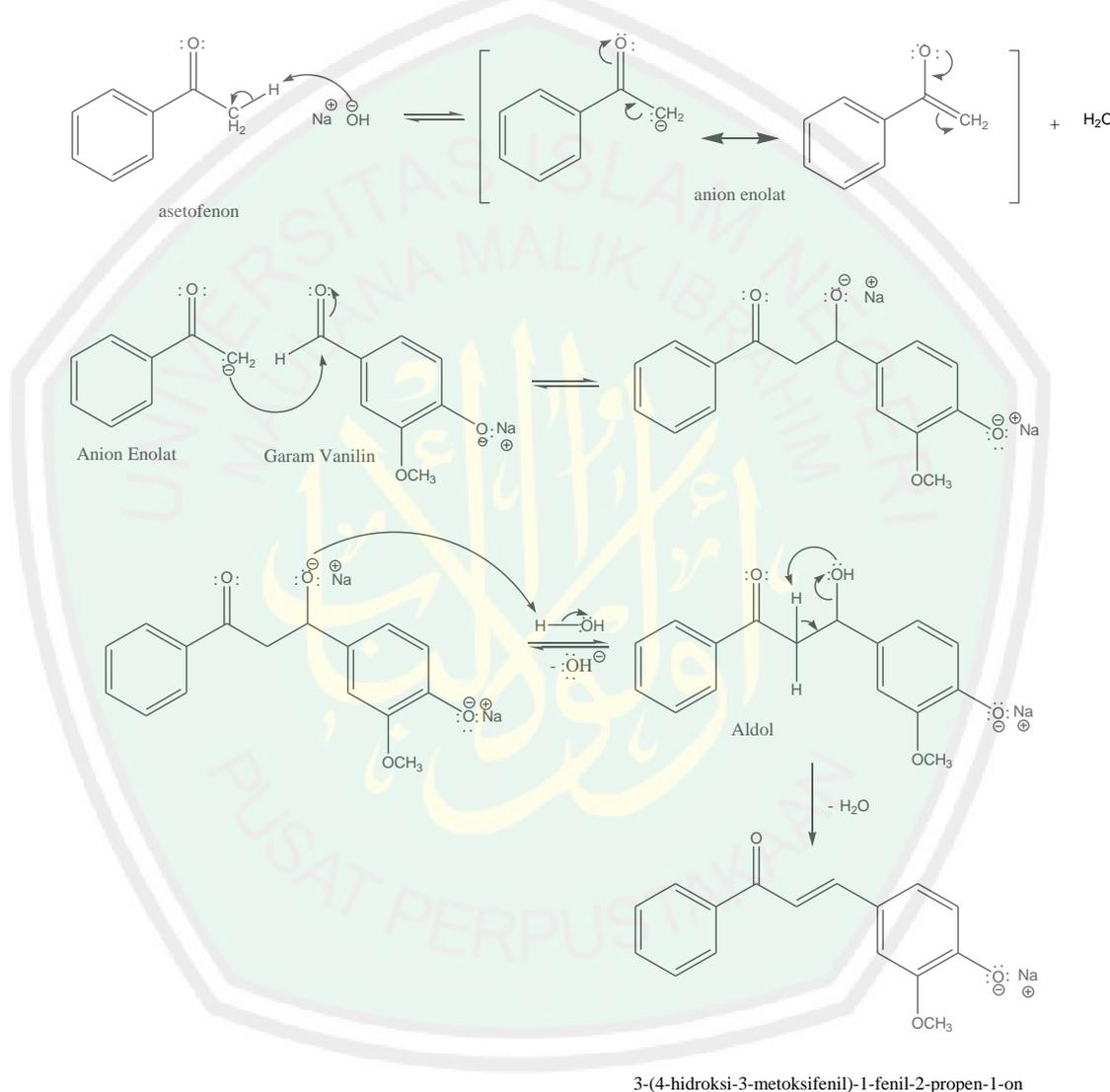
Reaksi hasil penggerusan antara vanilin, asetofenon dan NaOH menghasilkan suatu produk turunan kalkon berupa garam. Vanilin memiliki nilai pKa 7,83 sedangkan asetofenon memiliki nilai pKa 19. Hal ini menunjukkan bahwa keasaman vanilin lebih besar dibandingkan dengan asetofenon, sehingga katalis NaOH akan cenderung bereaksi lebih dulu dengan vanilin membentuk garam fenolat (Fessenden, 1982). Mekanisme yang terjadi disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Mekanisme reaksi NaOH dan Vanilin Membentuk Garam Vanilin

Basa NaOH yang tersisa akan bereaksi dengan asetofenon membentuk anion enolat. Anion enolat kemudian akan bereaksi dengan garam vanilin dengan

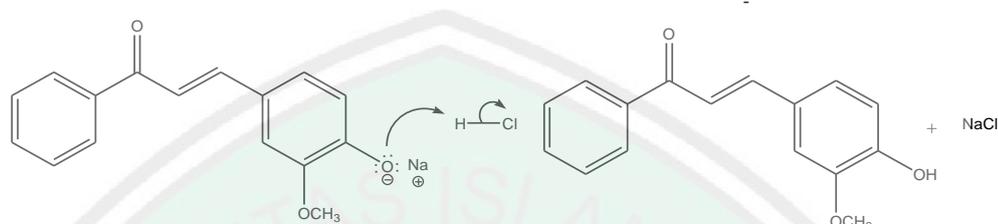
menyerang C karbonil pada garam fenolat membentuk suatu senyawa aldol. Senyawa aldol mengalami dehidrasi secara spontan di dalam air membentuk garam produk (Budimarwanti dan Handayani, 2010). Mekanisme yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.2. Hasil penggerusan berupa pasta oranye yang kemudian dilarutkan dalam air sebanyak 10 mL untuk melarutkan garam produk.



Gambar 4.2 Mekanisme Reaksi Pembentukan Garam Produk

Pembentukan garam produk menjadi senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon adalah dengan pengasaman menggunakan larutan HCl 2M. Pengasaman dilakukan dengan cara menambahkan larutan HCl 2M tetes demi tetes. Ion H^+ dari HCl akan

menggantikan posisi Na^+ pada garam produk sehingga akan terbentuk senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon. Senyawa target yang terbentuk akan mengendap pada proses pengasaman. Mekanisme reaksi ditunjukkan pada Gambar 4.3 (Fessenden, 1991).



Gambar 4.3 Mekanisme reaksi pembentukan senyawa target

Pengasaman pada produk hasil sintesis tidak membentuk endapan. Hal ini dimungkinkan karena sedikitnya senyawa target yang terbentuk dari proses sintesis sehingga senyawa target tidak dapat mengendap. Proses pengasaman menghasilkan koloid berwarna kuning. Hal ini membuktikan bahwa senyawa target telah terbentuk namun dalam jumlah yang sedikit. Sehingga dilakukan ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut kloroform untuk memisahkan senyawa target dari air. Senyawa target dalam larutan akan larut dalam pelarut kloroform dan terpisah dari fasa air. Fasa organik pada fasa bawah diambil dan diupakan pelarutnya menggunakan gas nitrogen. Sehingga diperoleh produk berupa padatan berwarna kuning pucat. Warna kuning pucat merupakan warna dari senyawa target yang telah terbentuk dari proses sintesis (Azizah, 2015). Wujud dan warna reaktan yang digunakan pada proses sintesis adalah padatan putih (vanilin) dan cairan bening (asetofenon). Hal ini menunjukkan bahwa padatan berwarna kuning pucat yang terbentuk adalah produk yang mengandung senyawa baru yaitu

senyawa target. Massa produk setiap variasi menghasilkan massa yang berbeda-beda. Massa produk disajikan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Massa Produk Hasil Sintesis

| No. | Variasi Waktu Penggerusan | Massa Produk | Rendemen |
|-----|---------------------------|--------------|----------|
| 1 | Produk 1 (20 menit) | 0,355 g | 55,51 % |
| 2 | Produk 2 (30 menit) | 0,399 g | 62,35 % |
| 3 | Produk 3 (60 menit) | 0,387 g | 60,45 % |
| 4 | Produk 4 (90 menit) | 0,371 g | 58,04 % |
| 5 | Produk 5 (120 menit) | 0,365 g | 57,10 % |

Berdasarkan data yang diperoleh menunjukkan bahwa rendemen terbesar dari variasi waktu 20,30, 60, 90 dan 120 menit didapatkan pada waktu penggerusan 30 menit dengan nilai rendemen sebesar 62,35%. Waktu penggerusan setelah 30 menit massa yang diperoleh cenderung terus menurun. Hal ini dimungkinkan karena produk dalam metode ini sangat sulit terbentuk. Sehingga tidak bisa mencapai nilai rendemen yang tinggi. Hasil rendemen tidak bisa menentukan kemurnian atau presentase senyawa target 3-metoksi-4-hidroksikalkon dalam produk hasil sintesis. Sehingga dilakukan uji kimia pada produk hasil sintesis dan dianalisa menggunakan instrument FTIR. Produk dengan rendemen tertinggi dianalisa kembali menggunakan GCMS dan LCMS untuk mengetahui presentase senyawa target 3-metoksi-4-hidroksikalkon dalam produk hasil sintesis.

4.2 Uji Sifat Fisika dan Kimia

4.2.1 Uji Sifat Fisika

Uji sifat fisika pada produk meliputi bentuk, warna, titik leleh dan kelarutan produk hasil sintesis. Kelarutan produk diuji menggunakan pelarut air, etanol dan kloroform. Uji titik leleh menggunakan *melting point apparatus*. Data yang diperoleh ditunjukkan pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data pengamatan uji sifat fisika

| Sampel | Bentuk | Warna | Titik leleh | Kelarutan | | |
|----------|--------|--------|-------------|-----------|--------|-----------|
| | | | | Air | Etanol | KLoroform |
| Vanilin | Serbuk | Putih | 74-80°C | SL | SL | L |
| Produk 1 | Serbuk | Kuning | 76-78°C | TL | SL | L |
| Produk 2 | Serbuk | Kuning | 78-80°C | TL | SL | L |
| Produk 3 | Serbuk | Kuning | 63-65°C | TL | SL | L |
| Produk 4 | Serbuk | Kuning | 76-77°C | TL | SL | L |
| Produk 5 | Serbuk | Kuning | 71°C | TL | SL | L |

Keterangan : TL = Tidak larut
 SL = Sedikit larut
 L = Larut

Azizah (2015) pada sintesis turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon menghasilkan produk berbentuk serbuk berwarna kuning pucat dengan titik leleh 76 °C. Berdasarkan data pada tabel 4.4 menunjukkan produk yang diharapkan telah terbentuk dengan ciri khas serbuk berwarna kuning pucat. Namun masih campuran karena titik leleh masing-masing variasi berbeda-beda. Titik leleh produk sintesis hampir sama dengan titik leleh vanilin. Hal ini dapat disimpulkan bahwa masing-masing produk hasil sintesis mengandung senyawa vanilin dari sisa reaksi pada saat proses sintesis.

4.2.2 Uji Sifat Kimia

Uji sifat kimia dengan mereaksikan produk hasil sintesis dengan larutan NaOH 2M dan HCl 2M. Perubahan warna disajikan pada Tabel 4.3. Berdasarkan data yang telah diperoleh menunjukkan bahwa senyawa yang diharapkan telah terbentuk. Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon akan berubah menjadi warna oranye pada saat direaksikan dengan NaOH dan akan berubah menjadi warna kuning saat direaksikan dengan HCl (Azizah, 2015). Hasil uji kimia dengan NaOH dan HCl dapat dilihat pada gambar 4.4.

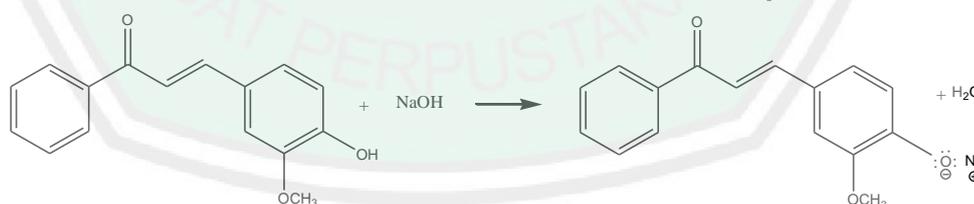
Tabel 4.3 Hasil uji Kimia dengan NaOH dan HCl

| Produk | Hasil Uji | | |
|---------------------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | +NaOH → | +HCl → | +NaOH |
| Penggerusan 20, 30, 60, 90 dan 120 menit | larut oranye | larut kuning | larut oranye |

**Gambar 4.4** Hasil uji kimia dengan NaOH dan HCl

Keterangan: a. Produk + NaOH 2M
 b. Produk + NaOH 2M + HCl 2M
 c. Produk + NaOH 2M + HCl 2M + NaOH 2M

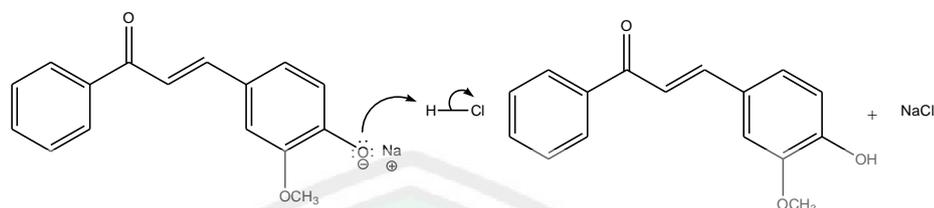
Pada penambahan NaOH Ion Na^+ dari NaOH akan menggantikan posisi H^+ pada produk. H^+ yang terlepas akan berikatan dengan OH membentuk air (Budimarwanti dan Handayani, 2010). Sehingga terbentuklah garam produk yang larut dalam air. Reaksi senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan NaOH dapat dilihat pada Gambar 4.5.

**Gambar 4.5** Reaksi senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan NaOH

Tahap selanjutnya adalah penambahan HCl. Garam produk yang berwarna oranye akan mengalami perubahan warna menjadi warna kuning saat direaksikan dengan HCl. Penambahan HCl menjadikan posisi Na^+ pada garam produk tergantikan oleh H^+ dari HCl (Budimarwanti dan Handayani, 2010). Sehingga

produk terbentuk kembali dengan ciri khas warna kuning (Azizah, 2015).

Mekanisme reaksi yang terjadi disajikan pada Gambar 4.6.



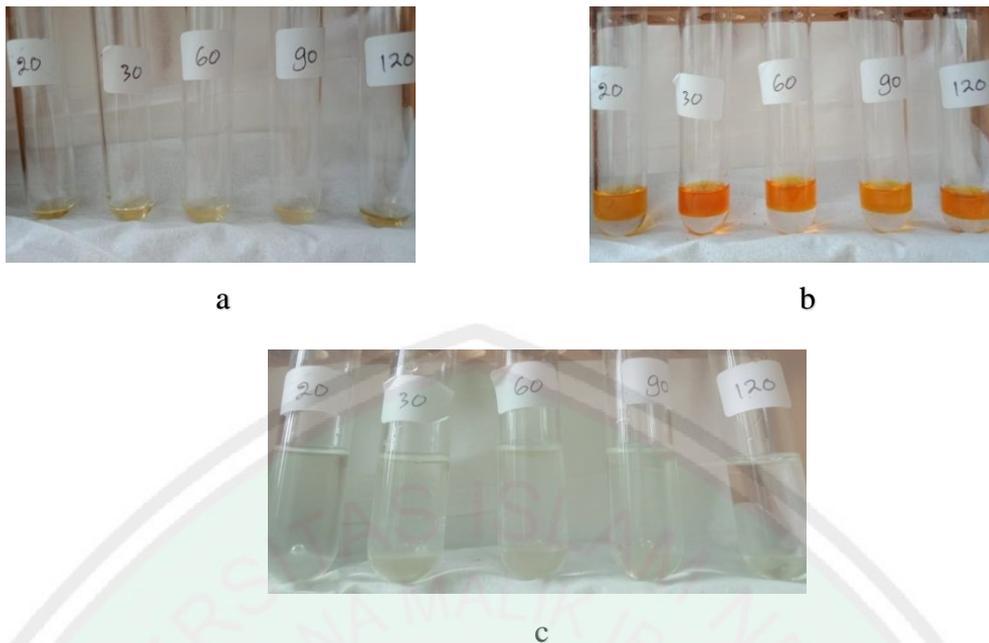
Gambar 4.6 Mekanisme reaksi garam produk dengan HCl

Selanjutnya di uji lagi dengan menambahkan larutan NaOH kembali. Dan produk mengalami perubahan warna menjadi oranye kembali. Hal ini membuktikan bahwa produk yang diharapkan benar-benar telah terbentuk dimana produk selalu berwarna oranye saat ditambahkan basa dan berwarna kuning saat ditambahkan asam (Azizah, 2015).

Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon memiliki gugus OH yang bersifat hidrofilik, namun juga memiliki gugus hidrokarbon tak jenuh lebih panjang yang menjadikan senyawa tersebut bersifat hidrofobik atau tidak larut air tetapi larut dalam pelarut nonpolar seperti kloroform (Sastrohamidjojo, 2004). Produk hasil sintesis dilarutkan dalam kloroform kemudian direaksikan dengan NaOH dan selanjutnya direaksikan dengan HCl. Hasil uji kimia dengan kloroform, NaOH dan HCl disajikan pada Tabel 4.4. dan perubahan warna dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Tabel 4.4 Hasil uji kimia dengan kloroform, NaOH dan HCl

| Produk | Hasil Uji | | |
|------------------------------------------|--------------|-------------------------------------------|-------------------------------------------|
| | +Kloroform | +NaOH | +HCl |
| Penggerusan 20, 30, 60, 90 dan 120 menit | larut Kuning | 2 fasa fasa atas oranye fasa bawah bening | 2 fasa fasa atas bening fasa bawah kuning |



Gambar 4.7 Hasil uji Kimia dengan kloroform, NaOH dan HCl

Keterangan:

- Produk hasil sintesis + kloroform
- Produk hasil sintesis + kloroform + larutan NaOH 2M
- Produk hasil sintesis + kloroform + larutan NaOH 2M + larutan HCl 2M

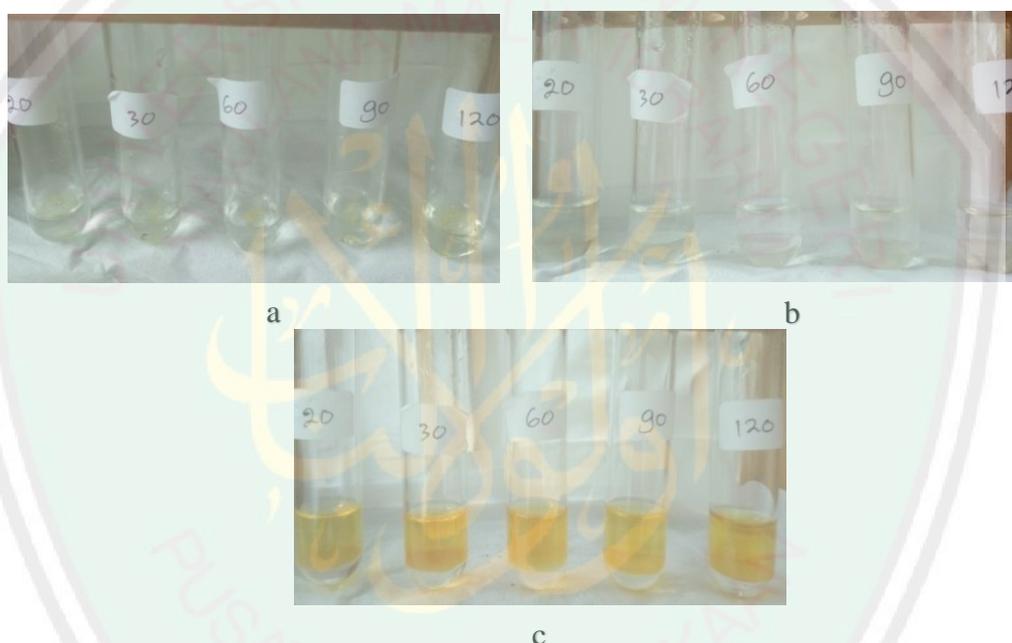
Produk hasil sintesis larut sempurna dalam kloroform, dan membentuk 2 fasa saat direaksikan dengan NaOH. Fasa atas yang berwarna oranye adalah garam dari produk yang larut dalam air. Sedangkan fasa bawah adalah kloroform yang berwarna bening. Produk yang awalnya larut dalam kloroform, saat direaksikan dengan NaOH akan berpindah ke bagian atas (air) karena menjadi garam dan larut dalam fasa air. Dan pada penambahan HCl, garam dari produk yang larut dalam fasa air akan menjadi senyawa target kembali yang larut dalam kloroform pada fasa bawah. Sehingga fasa atas (air) menjadi bening. Sedangkan fasa bawah adalah kloroform yang mengandung senyawa target.

Produk hasil sintesis juga diuji kimia dengan air, kloroform dan NaOH. Produk dilarutkan dalam air. Kemudian ditambahkan pelarut kloroform dan

selanjutnya direaksikan dengan NaOH. Hasil pengamatan disajikan pada Tabel 4.5 dan perubahan warna dapat dilihat pada Gambar 4.8.

Tabel 4.5 Hasil uji kimia dengan air, kloroform dan NaOH

| Produk | Hasil Uji | | |
|------------------------------------------|--------------------------|-------------------------------------------------|-------------------------------------------------|
| | +Air | +kloroform | +NaOH |
| Penggerusan 20, 30, 60, 90 dan 120 menit | tidak larut tak berwarna | 2 fasa fasa atas bening fasa bawah kuning | 2 fasa fasa atas oranye fasa bawah bening |



Gambar 4.8 Hasil uji kimia dengan air, kloroform dan NaOH

Keterangan:

- Produk hasil sintesis + air
- Produk hasil sintesis + air + kloroform
- Produk hasil sintesis + air + kloroform + larutan NaOH 2M

Hasil pengamatan menunjukkan bahwa produk tidak larut dalam aquades. Dan membentuk 2 fasa saat ditambahkan kloroform. Fasa bawah adalah kloroform karena memiliki massa jenis lebih besar dibanding air. Sedangkan fasa atas adalah air. Produk larut sempurna dalam fasa kloroform. Kemudian

direaksikan dengan NaOH mengalami perubahan menjadi warna oranye pada fasa air. Hal ini karena produk tersubstitusi menjadi garam produk yang larut dalam fasa air. sehingga fasa air mengalami perubahan warna menjadi oranye akibat mengandung garam produk. Sedangkan kloroform pada fasa bawah berwarna kuning karena mengandung senyawa target.

Berdasarkan data hasil uji kimia yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa produk hasil sintesis mengandung senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan ciri khas berwarna oranye saat direaksikan dengan larutan NaOH 2M, dan berwarna kuning saat direaksikan dengan larutan HCl 2M. Senyawa target larut dalam pelarut nonpolar dan tidak larut dalam pelarut polar (Azizah,2015).

4.3 Identifikasi Menggunakan Kromatografi Lapi Tipis (KLT)

4.3.1 Kromatografi Lapis Tipis Analitik (KLTA)

Identifikasi menggunakan KLTA bertujuan untuk menganalisis senyawa apa saja yang terdapat dalam produk hasil sintesis berdasarkan spot yang terbentuk. Hasil identifikasi KLTA berupa nilai Rf dan warna spot di bawah lampu UV 254 dan 366. Nilai Rf dan warna spot dari senyawa target dibandingkan dengan warna dan nilai Rf vanilin dan asetofenon. Spot yang memiliki nilai Rf dan warna berbeda dengan reaktan diduga adalah senyawa target. Untuk memisahkan senyawa-senyawa yang terkandung dalam produk hasil sintesis secara sempurna, membutuhkan jenis eluen yang sesuai dan perbandingan yang tepat. Sehingga dilakukan KLTA variasi jenis eluen dengan variasi perbandingan. Variasi eluen disajikan pada Tabel 4.6. Berdasarkan nilai resolusi menunjukkan bahwa resolusi terbaik dari variasi eluen yang telah dilakukan adalah pada eluen n-heksana, etil asetat dan kloroform (1:1:1) dengan nilai resolusi yang paling

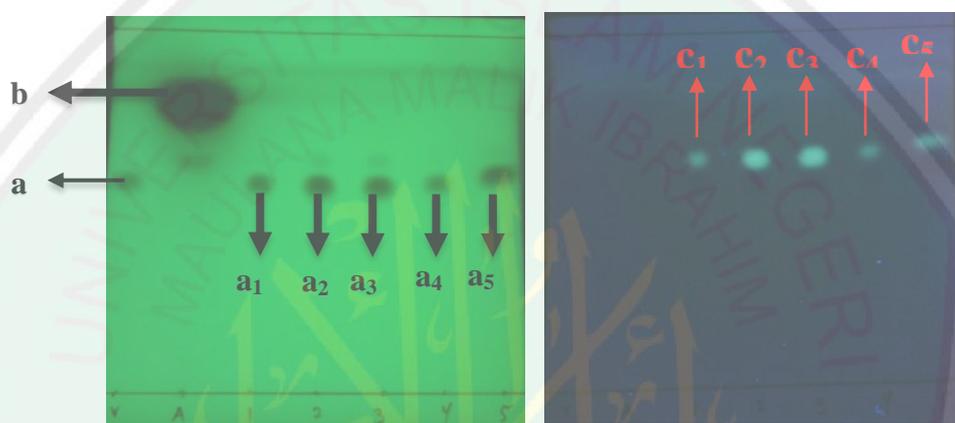
besar 0,4351. Nilai resolusi yang tinggi menunjukkan kesempurnaan keterpisahan antara dua spot. Sehingga eluen yang digunakan adalah n-heksana, etil asetat dan kloroform (1:1:1).

Tabel 4.6 Variasi Eluen dan Variasi Perbandingannya

| Eluen | Spot | | Rf | Resolusi |
|--------------------------------------------------------|----------|-----------------|----------------------------------|----------------------------|
| | Jumlah | Keterangan | | |
| Kloroform | 2 | Berimpitan | 0,387 0,462 | }0,3030 |
| Kloroform : etanol (1:1) | 2 | Berekor | 0,912 0,987 | }0,1964 |
| Kloroform : etanol (9:1) | 2 | Bertumpuk | 0,812 0,912 | }0,3535 |
| Kloroform : n-heksana (3:1) | 2 | Berimpitan | 0,550 0,525 | }0,2357 |
| Kloroform : n-heksana (2:1) | 2 | Berimpitan | 0,550 0,625 | }0,3263 |
| Kloroform : n-heksana (4:1) | 2 | Berimpitan | 0,437 0,487 | }0,2357 |
| n-heksana : etil asetat (1:2) | 2 | Berimpitan | 0,647 0,705 | }0,3535 |
| n-heksana : etil asetat (2:1) | 2 | Berimpitan | 0,375 0,437 | }0,4041 |
| n-heksana : etil asetat : kloroform (1:1:2) | 3 | Berimpitan | 0,525 0,575 0,725 | }0,3535 }1,2121 |
| n-heksana : etil asetat : kloroform (2:1:2) | 3 | Berimpitan | 0,425 0,462 0,650 | }0,3030 }1,7677 |
| n-heksana : etil asetat : kloroform (1:1:1) | 3 | terpisah | 0,437 0,537 0,750 | }0,4351 }1,2728 |

Hasil KLTA produk menghasilkan 3 spot dengan warna yang berbeda dan Rf berbeda. Masing-masing variasi pada produk hasil sintesis di bawah lampu UV 254 nm muncul spot yang mirip dengan spot vanilin yang memiliki warna hitam dengan Rf yang hampir mirip dengan Rf senyawa vanilin yaitu 0.5. Hal ini diduga

produk hasil sintesis masih mengandung vanilin dari reaksi sisa. Masing-masing produk hasil sintesis tiap variasi juga menghasilkan Spot kedua berwarna hijau terang pada panjang gelombang 366 nm yang dikatakan sebagai senyawa baru dari hasil sintesis. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa target yang diharapkan telah terbentuk. Hasil KLTA dari produk hasil sintesis disajikan pada Gambar 4.9. Sedangkan nilai Rf dari warna spot yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.7.



Gambar 4.9 Hasil KLTA dari Vanilin, Asetofenon dan Produk Hasil Sintesis
Keterangan:

- (a) : Di bawah UV 254 nm spot dari reaktan vanilin
- (a₁-a₅) : Di bawah UV 254 nm spot senyawa vanilin dari produk hasil sintesis
- (b). : Di bawah UV 254 nm spot dari reaktan asetofenon
- (c₁-c₅) : Di bawah UV 366 nm spot senyawa target dari produk hasil sintesis

Tabel 4.7 Nilai Rf dan Warna Spot Hasil KLTA

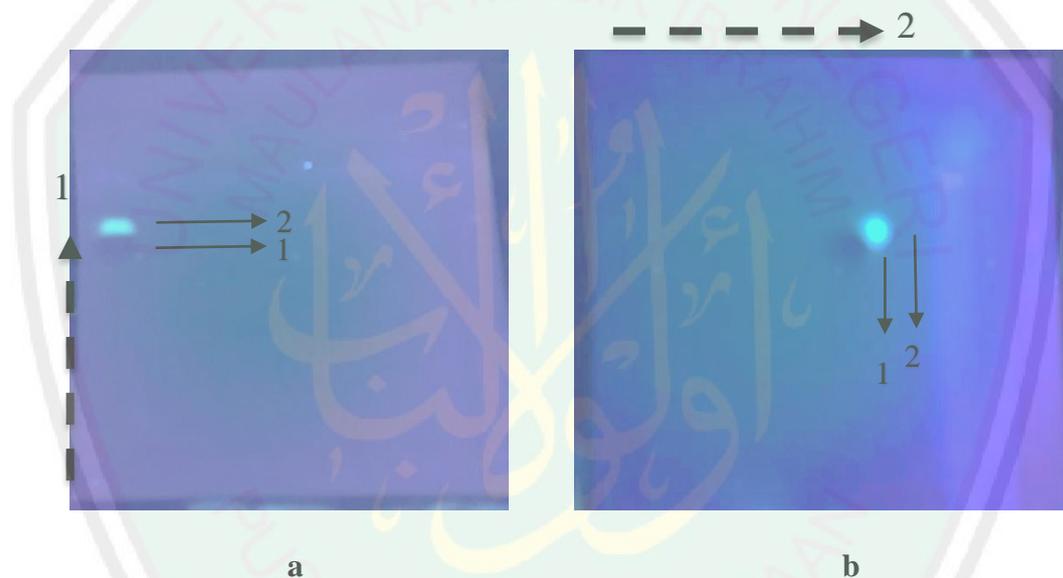
| Sampel | Rf | | | Warna di bawah Sinar UV 366 | | |
|------------|--------|--------|--------|-----------------------------|--------------|--------|
| | Spot 1 | Spot 2 | Spot 3 | Spot 1 | Spot 2 | Spot 3 |
| Vanilin | 0,56 | - | - | Hitam | - | - |
| Asetofenon | - | - | 0,80 | - | - | Hitam |
| Produk 1 | 0,57 | 0,64 | - | Hitam | Hijau terang | - |
| Produk 2 | 0,57 | 0,64 | - | Hitam | Hijau terang | - |
| Produk 3 | 0,57 | 0,64 | - | Hitam | Hijau terang | - |
| Produk 4 | 0,58 | 0,65 | - | Hitam | Hijau terang | - |
| Produk 5 | 0,59 | 0,66 | - | Hitam | Hijau terang | - |

Berdasarkan hasil yang diperoleh maka dilakukan KLT 2 dimensi untuk uji kemurnian kembali dan memastikan senyawa yang diharapkan benar-benar

telah terpisah sempurna. Kemudian dilakukan KLTP untuk mengisolasi senyawa target dari produk campuran untuk mendapatkan senyawa yang diharapkan.

4.3.2 Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi (KLT 2D)

Tujuan KLT 2 dimensi adalah untuk menguji kemurnian spot produk yang dihasilkan dari proses KLTA. Produk yang digunakan adalah produk yang memiliki nilai rendemen tertinggi yaitu pada penggerusan 30 menit. Hasil KLT 2 dimensi disajikan pada Gambar 4.10



Gambar 4.10 Hasil KLT 2 dimensi elusi pertama dan elusi kedua

Keterangan: a. Elusi pertama menghasilkan 2 spot

b. Elusi kedua menghasilkan 2 spot

KLT 2 dimensi dielusi sebanyak dua kali. Eluen yang digunakan pada elusi pertama adalah n-heksana : etil asetat : kloroform (1:1:1). Elusi pertama menghasilkan 2 spot berwarna hitam dan hijau terang. Selanjutnya di elusi kembali dengan posisi diputar 90 °C. Tepi kiri menjadi tepi bawah. Eluen yang digunakan pada elusi kedua adalah etil asetat : kloroform (1:9) (Wunga, 2017).

Elusi kedua menghasilkan 2 spot berwarna hitam dan hijau terang. Spot hitam adalah senyawa vanilin. Sedangkan spot hijau terang adalah senyawa target. Berdasarkan hasil KLT 2 dimensi menunjukkan bahwa pemisahan senyawa produk hasil sintesis benar-benar telah terpisah dan tidak mengandung senyawa lain selain vanilin dan senyawa target.

4.3.3 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLTP)

Tujuan KLTP adalah untuk mengisolasi senyawa target dari campuran produk hasil sintesis. Eluen yang digunakan adalah n-heksana, etil asetat dan kloroform (1:1:1), sesuai dengan yang dihasilkan dari uji KLTA. Hasil KLTP menunjukkan tiga spot yang memisah secara sempurna. Hasil KLTP disajikan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Hasil KLTP

Keterangan :

- a. Hasil pengamatan di bawah sinar UV 366 spot berwarna hijau terang adalah senyawa target
- b. Hasil pengamatan di bawah sinar UV 254 spot berwarna hitam adalah senyawa vanilin

Spot berwarna hijau terang dikerok dan dilarutkan dalam pelarut kloroform. Kemudian di vortex agar senyawa target pada silika larut dalam kloroform. Selanjutnya disentrifuge dan diambil supernatan. Pelarut diuapkan

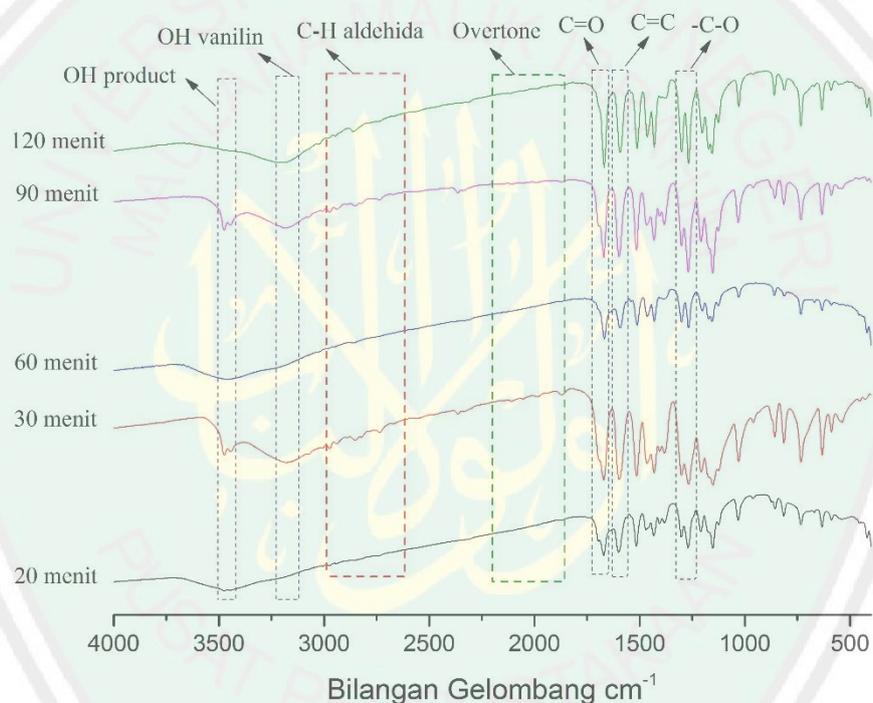
pada suhu ruang sehingga diperoleh senyawa yang diharapkan. Senyawa yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR.

4.4 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

4.4.1 Karakterisasi Menggunakan FTIR

4.4.1.1 FTIR Produk Hasil Sintesis

Produk hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan FTIR. Spektra masing-masing variasi disajikan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis

Spektra produk menghasilkan serapan gugus OH pada bilangan gelombang di daerah $3000 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ dengan karakter melebar. Serapan gugus C=O aldehida dengan ciri khas intensitas *strong* di daerah 1600 cm^{-1} dan didukung adanya serapan C-H aldehida intensitas lemah tajam pada daerah $2800 - 2700 \text{ cm}^{-1}$. Serapan C=C aromatis di daerah 1500 cm^{-1} dan didukung oleh adanya serapan

overtone di daerah $1667\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$. Daerah bilangan gelombang spektra produk hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Daerah Bilangan Gelombang Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis

| Gugus Fungsi | Daerah Bilangan Gelombang (cm^{-1}) | | | | |
|----------------------|------------------------------------------------|----------|----------|----------|----------|
| | Produk 1 | Produk 2 | Produk 3 | Produk 4 | Produk 5 |
| OH | 3446 | 3178 | 3468 | 3183 | 3209 |
| C sp ³ -H | 2856 | 2852 | 2800 | 2853 | 2860 |
| C=O aldehida | 1670 | 1670 | 1667 | 1670 | 1668 |
| C=C aromatis | 1515 | 1596 | 1592 | 1598 | 1592 |

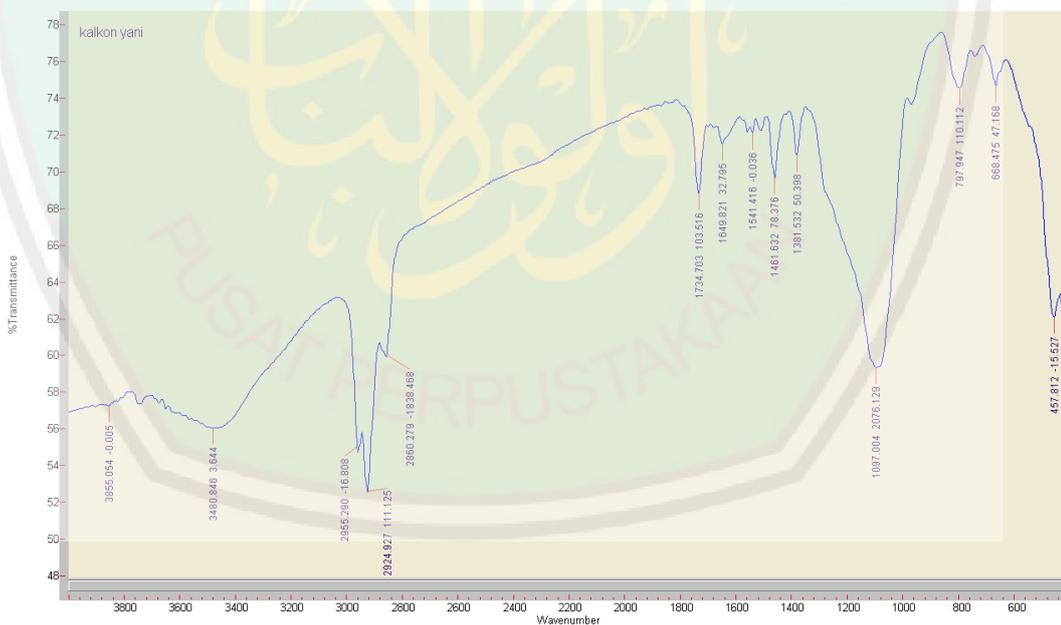
Hasil analisa spektra FTIR menunjukkan bahwa spektra FTIR produk hasil sintesis memiliki spektra dengan serapan gugus fungsi dari senyawa target dan vanilin. Gugus fungsi dari senyawa target dan vanilin memang hampir sama. Sehingga spektra yang dihasilkan juga tidak jauh berbeda. Spektra vanilin disajikan pada Gambar 4.13. Dalam bentuk struktur, senyawa target dan senyawa vanilin memiliki jenis gugus fungsi yang sama dan hanya dibedakan dengan gugus C=C alkena yang dimiliki oleh senyawa target dan tidak dimiliki oleh vanilin. Serapan C=C alkena muncul di daerah $1640\text{ - }1680\text{ cm}^{-1}$ dan didukung dengan adanya serapan tajam C-H alifatik di daerah 2900 cm^{-1} . Spektra produk hasil sintesis tidak menghasilkan serapan tajam di daerah 2900 cm^{-1} . Hal ini dikarenakan produk hasil sintesis lebih dominan mengandung senyawa vanilin di banding senyawa target. Sesuai dengan hasil identifikasi KLT yang menunjukkan bahwa produk hasil sintesis masih mengandung vanilin dari sisa reaksi.



Gambar 4.13 Spektra FTIR Senyawa Vanilin

4.4.1.2 FTIR Produk Hasil KLTP

Produk hasil KLTP dikarakterisasi menggunakan FTIR. Hasil spektra disajikan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Spektra FTIR Produk Hasil KLTP

Berdasarkan spektra yang diperoleh menunjukkan bahwa produk hasil KLTP mengandung senyawa target dan campuran silika. Silika yang masih tersisa di

dalam sampel dibuktikan dengan adanya serapan dengan intensitas yang tajam pada bilangan gelombang 1097 cm^{-1} dengan profil melebar yang menunjukkan masih adanya silika yang memiliki gugus Si-O (Si-O-Si) pada daerah bilangan gelombang $1100\text{-}1187\text{ cm}^{-1}$ (Herlina dan Safitra, 2018). Sedangkan senyawa target dibuktikan dengan adanya serapan gugus C=C alkena pada daerah 1649 cm^{-1} yang didukung dengan adanya serapan C-H alifatik di daerah 2955 cm^{-1} . Serapan di daerah 1734 cm^{-1} juga muncul yang merupakan gugus C=O keton. Hasil interpretasi spektra disajikan pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Interpretasi Spektra FTIR Produk Hasil KLTP

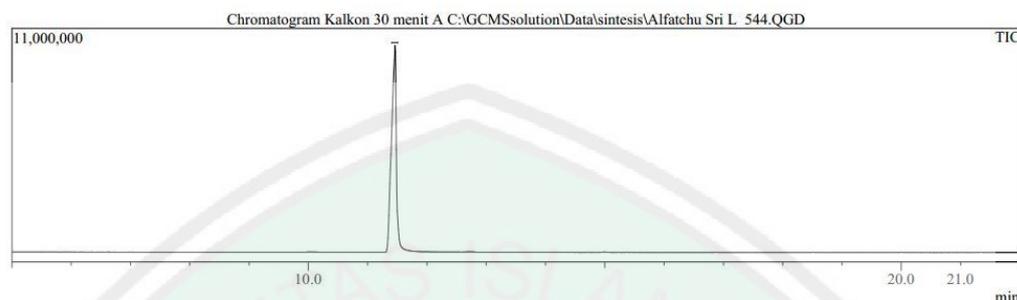
| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang cm^{-1} | | Bentuk Pita |
|----------------|-------------------------------------|---------|----------------------|
| | Range | Spektra | |
| OH | 3000-3500 | 3480 | <i>broad, medium</i> |
| C-H alifatik | 2900 | 2955 | <i>Sharp</i> |
| C=O keton | 1600-1800 | 1734 | <i>Sharp, Strong</i> |
| C=C alkena | 1600 | 1649 | <i>Sharp, medium</i> |
| Si-O (Si-O-Si) | 1100 | 1097 | <i>Broad</i> |

4.4.2 Karakterisasi Menggunakan GCMS

Karakterisasi produk hasil sintesis menggunakan GCMS adalah untuk membuktikan adanya senyawa target dalam produk hasil sintesis. GC memberikan informasi banyaknya senyawa yang terkandung dalam sampel berdasarkan jumlah puncak yang dihasilkan. Sedangkan MS memberikan informasi tentang adanya senyawa target pada sampel berdasarkan nilai m/z yang didapatkan.

Pada kromatogram GC dari produk hasil sintesis variasi waktu 30 menit menghasilkan satu puncak yang sangat tajam pada menit 11.460 dengan persen area 100%. Satu puncak menunjukkan jumlah senyawa yang terkandung dalam produk hasil sintesis. Kromatogram produk hasil sintesis variasi waktu 30 menit

disajikan pada Gambar 4.15. Puncak yang muncul memiliki spektra massa yang disajikan pada Gambar 4.16. Spektra massa yang diperoleh menghasilkan puncak yang memiliki nilai m/z sebesar 151 dengan kelimpahan relatif 100.



Gambar 4.15 Kromatogram Senyawa Produk Hasil Sintesis

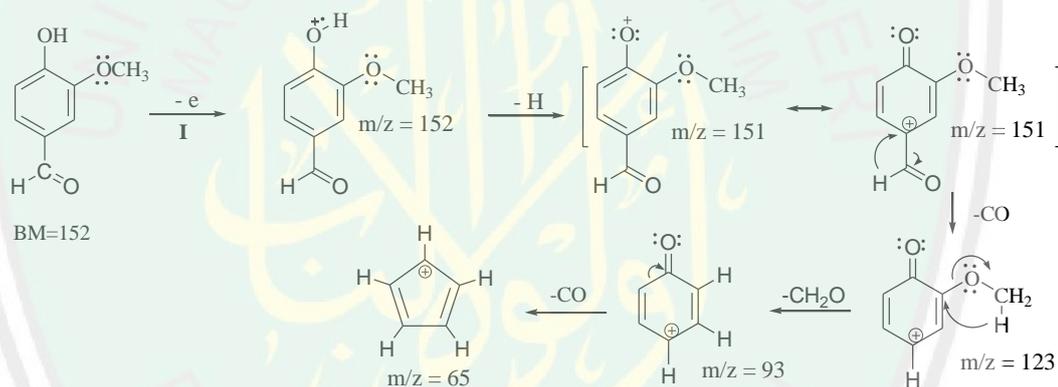


Gambar 4.16 Spektra Massa Senyawa Produk Hasil Sintesis

Berdasarkan standar internal pada *library* meramalkan bahwa puncak itu adalah senyawa vanilin. Sehingga dapat dikatakan bahwa senyawa target yang diharapkan tidak diperoleh. Hal ini dimungkinkan karena titik didih senyawa yang diharapkan terlalu tinggi sehingga tidak terdeteksi oleh GCMS. Hanya vanilin yang mampu terdeteksi oleh GCMS. Vanilin merupakan reaktan yang digunakan pada proses sintesis yang diduga masih tersisa pada saat proses sintesis. Fragmentasi pada senyawa vanilin ada dua pola. Kemungkinan pola fragmentasi pertama disajikan pada Gambar 4.17.

Vanilin memiliki nilai m/z 152 ditembakkan elektron berenergi tinggi 70 ev. Sehingga elektron akan terlepas dari molekul vanilin menghasilkan ion bermuatan positif (+) dan radikal dengan nilai m/z 152. MS hanya mendeteksi ion

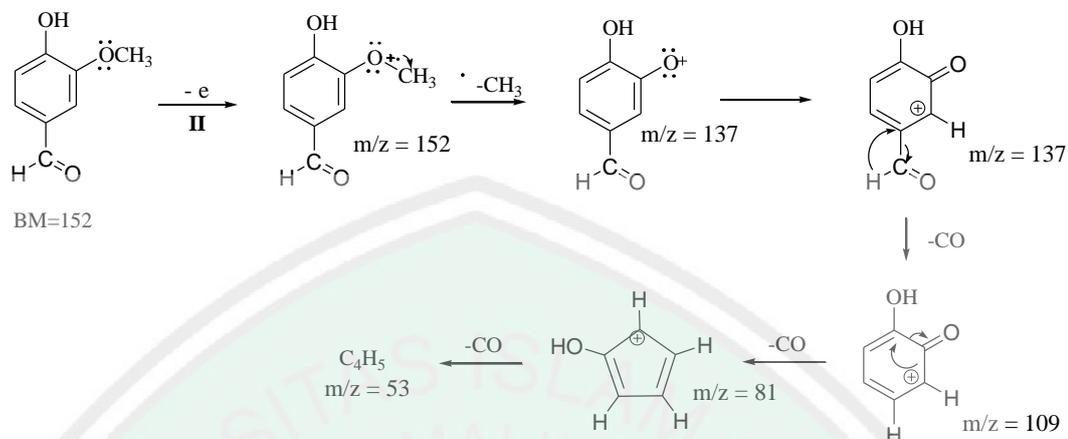
molekul bermuatan positif. Sehingga senyawa radikal tidak akan terbaca pada spektra MS. Ion molekul vanilin akan mengalami fragmentasi pertama dengan lepasnya radikal hidrogen. Sehingga nilai m/z berkurang menjadi 151 yang muncul pada puncak pertama. Selanjutnya ion yang bermuatan positif dengan m/z 151 mengalami fragmentasi kembali dengan lepasnya gugus $C=O$. Sehingga nilai m/z menjadi 123 yang muncul pada puncak ketiga. Fragmentasi ketiga dengan lepasnya gugus OCH_2 . Sehingga nilai m/z menjadi 93 yang muncul pada puncak kelima. Fragmentasi keempat dengan lepasnya gugus $C=O$. Sehingga nilai m/z menjadi 65 yang muncul pada puncak ketujuh.



Gambar 4.17 Pola Fragmentasi Pertama dari Senyawa Vanilin

Pola fragmentasi kedua dari senyawa vanilin adalah Ion molekul vanilin kehilangan gugus CH_3 . Sehingga nilai m/z berkurang menjadi 137 yang muncul pada puncak kedua. Selanjutnya ion yang bermuatan positif dengan m/z 137 mengalami fragmentasi kembali dengan lepasnya gugus $C=O$. Sehingga nilai m/z menjadi 109 yang muncul pada puncak keempat. Fragmentasi selanjutnya kehilangan gugus $C=O$. Sehingga nilai m/z menjadi 81 yang muncul pada puncak keenam. Kemudian lepasnya gugus $C=O$ kembali. Nilai m/z menjadi 53 yang

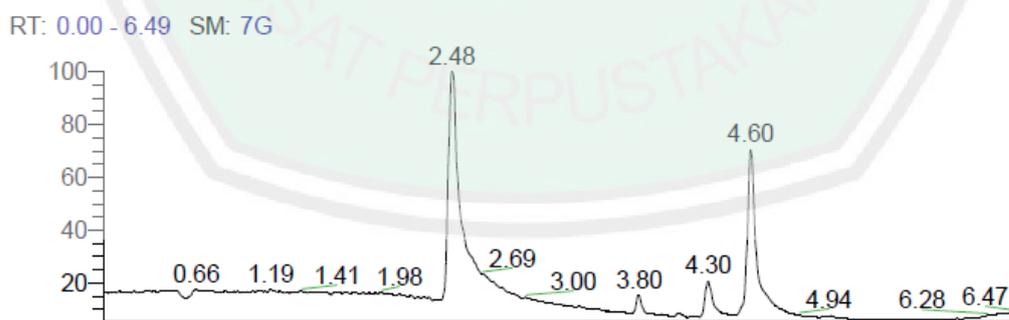
muncul pada puncak kedelapan. Pola fragmentasi kedua dari senyawa vanilin dapat dilihat pada Gambar 4.18.



Gambar 4.18 Pola Fragmentasi kedua dari Senyawa Vanilin

4.4.3 Karakterisasi Menggunakan LCMS

Karakterisasi menggunakan LCMS adalah untuk mendeteksi senyawa yang terkandung dalam produk hasil sintesis. LCMS mampu memisahkan senyawa berdasarkan kepolarannya terhadap fasa diam dan fasa gerak serta mampu mendeteksi suatu senyawa berdasarkan berat molekulnya dari nilai m/z yang didapatkan. Hasil karakterisasi menggunakan LCMS pada produk hasil sintesis variasi waktu 30 menit berupa kromatogram yang disajikan pada Gambar 4.19.



Gambar 4.19 Kromatogram LCMS Produk Hasil Sintesis

Pada kromatogram muncul puncak pertama pada waktu retensi 2,48 menit yang merupakan puncak dari senyawa vanilin dengan nilai m/z 152. Puncak kedua

pada waktu retensi 3,80 menit yang merupakan puncak dari senyawa target yaitu senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon dengan nilai m/z 254. Sesuai dengan penelitian Hapsari, dkk (2018). Puncak ketiga pada waktu retensi 4,09 menit yang merupakan puncak produk samping dari proses sintesis yaitu senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion dengan nilai m/z 374 (lampiran). Sedangkan puncak keempat dan kelima merupakan puncak milik blanko (lampiran). Hasil identifikasi senyawa disajikan pada Tabel 4.10.

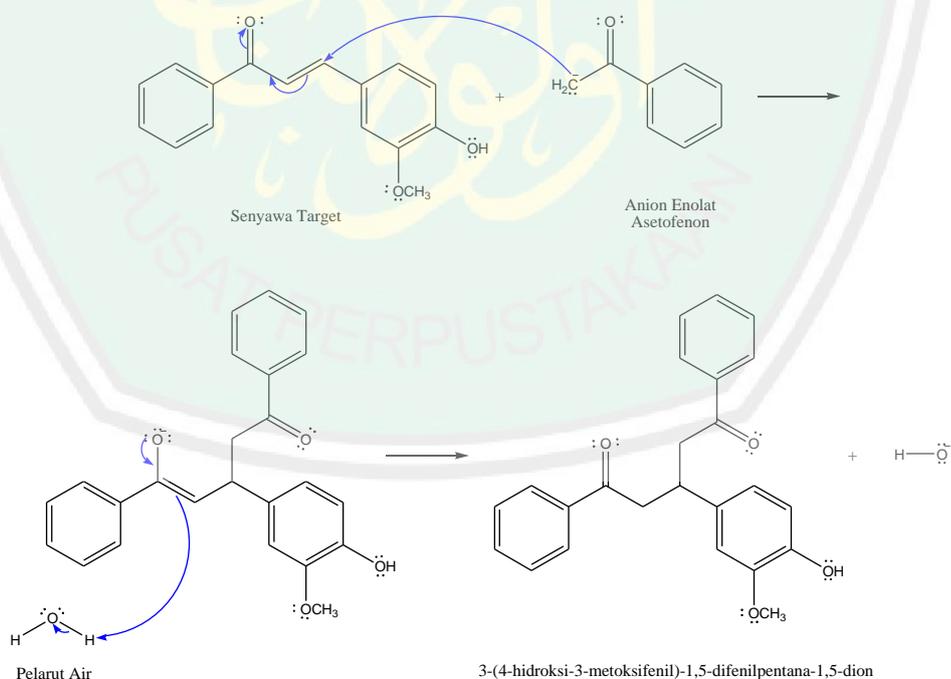
Tabel 4.10 Hasil Identifikasi LCMS Senyawa

| Jenis Senyawa | Waktu Retensi (min) | Luas Area | m/z | Presentase (%) |
|-----------------------------------------------------------|---------------------|-----------|-------|----------------|
| Vanilin | 2,48 | 4706513 | 152 | 93,9768 |
| 3-metoksi-4-hidroksikalkon | 3,8 | 267600,8 | 254 | 5,3432 |
| 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion | 4,09 | 34046,12 | 374 | 0,6798 |

Berdasarkan hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa presentase senyawa target yang diharapkan yaitu senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon hanya sebesar 5,3432 % dan masih di dominasi oleh vanilin yang merupakan reaktan dari proses sintesis dengan presentase 93,9768 %. Hal ini karena pembentukan produk dalam reaksi ini menggunakan metode penggerusan sangat sulit terjadi. Asetofenon merupakan reaktan dalam penelitian ini dengan nilai pK_a 19. Berdasarkan teori bronsted menunjukkan bahwa reaksi akan berjalan ke arah asam basa yang lebih lemah. Anion enolat yang terbentuk dari asetofenon dengan NaOH akan cenderung mengalami reversible menjadi asetofenon kembali (asam lemah). Sehingga asetofenon sangat sulit membentuk anion enolat yang digunakan untuk bereaksi dengan garam vanilin. Akibatnya garam vanilin yang terbentuk juga semakin banyak karena tidak bereaksi dengan anion enolat. Hal ini yang

menjadikan presentase senyawa vanilin sangat besar dibandingkan senyawa target. Sedangkan asetofenon ikut menguap pada saat tahap penguapan pelarut menggunakan gas nitrogen. Selain itu energi dan suhu juga berpengaruh terhadap terbentuknya produk. Sedikitnya produk yang terbentuk dimungkinkan juga karena metode penggerusan menggunakan energi manusia yang terbatas dan pada suhu ruang yang menjadikan suatu reaksi semakin mudah mengalami reversible. Sehingga dapat disimpulkan bahwa untuk memperoleh produk yang lebih banyak membutuhkan energi yang lebih besar dan suhu yang tinggi.

Produk samping muncul dengan presentase 0,6798 % akibat adanya reaksi Adisi Michael pada proses sintesis. Produk samping yang muncul dari reaksi Adisi Michael adalah senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion. Adisi Michael merupakan reaksi antara anion enolat dari asetofenon dengan senyawa target (Azizah, 2015).



Gambar 4.20 Mekanisme Reaksi Pembentukan senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion

Anion enolat yang diharapkan hanya bereaksi dengan garam vanilin, ternyata juga bereaksi dengan senyawa target. Mekanisme reaksi Adisi Michael pada pembentukan senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion dapat dilihat pada Gambar 4.20. Sehingga dapat diketahui bahwa produk yang diharapkan telah terbentuk meskipun dalam jumlah yang sangat sedikit.

4.5 Prospektif Islam Terhadap Sintesis Senyawa Turunan Kalkon Menggunakan Metode Penggerusan

Allah menciptakan manusia di atas bumi ialah sebagai khalifah Allah yang artinya sebagai pelaksana kehendak Allah. Oleh karena menjadi khalifah hendaklah menjadi *muslih*, berarti suka memperbaiki dan memperindah. Sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon menggunakan metode penggerusan dengan variasi waktu adalah solusi dalam memperbaiki dengan mengurangi kerusakan alam. Karena metode penggerusan mengurangi penggunaan pelarut yang tidak ramah lingkungan. Sehingga dapat meminimalisir limbah yang dihasilkan. Hal ini telah dijelaskan dalam al-Qur'an surat ar-Ruum ayat 41

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: "Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar) (QS. Ar-Ruum: 41)."

Hamka (1982) menafsirkan ayat ini dengan merenungi kerusakan yang terjadi di darat karena bekas perbuatan manusia seperti bahaya asap-asap pabrik,

kendaraan bermotor dan zat-zat pembakar lainnya yang tiap hari dihirup setiap saat, sehingga paru-paru manusia penuh dengan kotoran . “وَالْبَحْرَ” dan kerusakan di laut”. Limbah dari pabrik-pabrik kimia yang mengalir melalui sungai-sungai menuju lautan, semakin lama semakin banyak. Hingga ikan-ikan di perairan dan tanaman-tanaman air penuh dengan racun. Sudah banyak bukti berjuta ikan mati terdampar di tepi pantai akibat keracunan. Ini semua adalah setengah daripada akibat perbuatan manusia.

Pada ujung surah ar-Ruum ayat 41 disampaikan agar manusia berfikir, *لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ* “mudah-mudahan mereka kembali ke jalan yang benar”. Arti kembali itu sangat dalam. Bukan maksudnya mengembalikan jarum sejarah kebelakang. Melainkan kembali memperbaiki alam dengan mengurangi kerusakan di muka bumi (Hamka, 1982). Allah SWT berfirman, *عَمِلُوا الَّذِي بَعْضَ* yang menunjukkan bahwa sebagian besar balasan ada di akhirat (Al-Qurthubi, 2009).

Dan telah diperingatkan pula dalam firman Allah pada surat al-A’raf ayat 56:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٥٦﴾

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah Amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik (QS. Al-A’raf: 56).”

Firman Allah SWT *“Dan jangan merusak di muka bumi, sesudah Allah memperbaikinya”*. Dalam ayat ini Allah memberikan

peringatan agar manusia tidak berbuat segala kerusakan di muka bumi. Baik sedikit maupun banyak. Mencemari lingkungan dengan membuang limbah-limbah berbahaya ke lingkungan tanpa mengontrolnya termasuk perbuatan kerusakan di muka bumi. Karena memberikan dampak negatif yang sangat besar terhadap makhluk hidup dan lingkungan sekitarnya.

“*خَوْفًا وَطَمَعًا وَادْعُوهُ*” *Dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut dan harapan*”. Hendaknya manusia takut dalam berbuat kerusakan di muka bumi, dan berdo'a dengan harapan mendapatkan rahmat dari Allah. Alasan inilah yang menjadikan seorang mukmin hendaknya berfikir dahulu sebelum melakukan perbuatan agar tidak memberikan dampak kerusakan di muka bumi. Sehingga metode penggerusan yang digunakan pada sintesis senyawa turunan kalkon merupakan cara berfikir dan solusi yang tepat untuk mengurangi kerusakan di muka bumi dan harapan atas rahmat dari-Nya. Pengharapan dan rasa takut ini menjadi dua hal yang penting bagi seseorang yang dapat menuntun dirinya meniti jalan yang lurus (Bahreisy, 1988). *الْمُحْسِنِينَ مِنَ قَرِيبٍ اللَّهُ رَحْمَتٌ إِنَّ* “*Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik*”. Rahmat dan kasih sayang maknanya sama, Artinya adalah ampunan dan maghfiroh (Al-Qurthubi, 2008).

Metode penggerusan pada sintesis senyawa turunan kalkon memiliki banyak kelebihan. Selain mudah dilakukan dan ramah lingkungan juga waktu yang diperlukan sangat efisien jika dibandingkan metode konvensional yang membutuhkan waktu 3-7 jam dengan hasil rendemen yang sangat kecil yaitu hanya sebesar 14,478% (Arty, 2014). Begitu banyaknya waktu yang dihabiskan untuk melakukan sintesis senyawa turunan kalkon menggunakan metode

konvensional. Sehingga waktu untuk beribadah kepada Allah juga semakin berkurang yang menjadikan manusia menjadi terbengkalai dalam aktivitasnya. Al-Qur'an dan sunnah telah menjelaskan betapa pentingnya waktu sebagai anugerah Allah yang diberikan kepada manusia. Sebagaimana firman Allah dalam surat al-Ashr ayat 1-3:

وَالْعَصْرِ ﴿١﴾ إِنَّ الْإِنْسَانَ لَفِي خُسْرٍ ﴿٢﴾ إِلَّا الَّذِينَ ءَامَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ
وَتَوَاصَوْا بِالْحَقِّ وَتَوَاصَوْا بِالصَّبْرِ ﴿٣﴾

Artinya: 1. Demi masa.

2. Sesungguhnya manusia itu benar-benar dalam kerugian,

3. kecuali orang-orang yang beriman dan mengerjakan amal saleh dan nasehat menasehati supaya mentaati kebenaran dan nasehat menasehati supaya menepati kesabaran.

Al-Ashr berarti masa atau waktu yang di dalamnya berbagai aktifitas anak cucu adam berlangsung. Allah Ta'ala telah bersumpah dengan masa tersebut bahwa manusia itu dalam kerugian, yakni benar-benar merugi dan binasa kecuali orang-orang yang beriman, mengerjakan amal salih, saling menasehati dalam kebenaran dan nasehat-menasehati supaya menepati kesabaran.

Ayat diatas menjelaskan bahwa betapa berharganya waktu bagi manusia. Sebagai manusia yang beriman kepada Allah, senantiasa kita harus mampu memanfaatkan waktu dengan sebaik-baiknya. Menggunakan waktu untuk beribadah kepada Allah dan beramal saleh agar tidak menjadi golongan orang-orang yang rugi. Karena Allah akan meminta pertanggungjawaban dari waktu yang telah diberikan kepada hamba-Nya. Dan sesungguhnya manusia yang menghabiskan waktunya dengan sia-sia adalah golongan orang-orang yang rugi.

Sehingga alasan inilah yang menjadikan penelitian ini sangat mempertimbangkan masalah waktu yang dibutuhkan dalam sintesis senyawa turunan kalkon.

Sebagai manusia yang beriman kepada Allah maka pada penelitian ini dilakukan variasi waktu penggerusan untuk menghasilkan senyawa turunan kalkon dengan rendemen yang maksimal pada waktu yang optimum. Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu optimum diperoleh pada penggerusan 30 menit dengan rendemen sebesar 62,35%. Dibandingkan dengan metode konvensional, metode penggerusan memberikan nilai rendemen yang lebih besar dengan waktu yang relatif singkat. Hal ini menunjukkan bahwa metode penggerusan merupakan metode yang tepat untuk meminimalisir waktu. Sehingga kita sebagai manusia bisa memanfaatkan sisa waktu yang ada dengan hal-hal yang positif khususnya beribadah kepada Allah SWT dan beramal saleh.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Sintesis senyawa turunan kalkon dari vanilin dan asetofenon menghasilkan dua spot pada identifikasi KLT berupa spot warna hijau terang yang merupakan senyawa target dengan Rf 0,5 dan spot warna hitam yang merupakan senyawa vanilin dari reaksi sisa dengan Rf 0,6. Spektra FTIR senyawa target 3-metoksi-4-hidroksikalkon menghasilkan serapan pada gugus OH di daerah 3480 cm^{-1} , C=C alkena di daerah 1649 cm^{-1} , dan C=O keton di daerah 1734 cm^{-1} . Kromatogram GCMS produk menghasilkan satu puncak yang merupakan puncak dari senyawa vanilin dengan m/z 152. Sedangkan puncak dari senyawa target tidak muncul pada kromatogram GCMS. Kromatogram LCMS pada variasi waktu 30 menit menghasilkan puncak senyawa vanilin pada Rt 2,48 menit dengan m/z 152, senyawa target 3-metoksi-4-hidroksikalkon pada Rt 3,80 menit dengan m/z 254 dan produk samping pada Rt 4,09 dengan m/z 374.
2. Hasil rendemen pada variasi waktu 20, 30, 60, 90 dan 120 menit diperoleh rendemen secara berturut-turut sebesar 55,51% ; 62,35% ; 60,45% ; 58,04 ; dan 57,10%. Rendemen terbesar sebanyak 62,35% pada waktu penggerusan 30 menit dengan presentase senyawa target 3-metoksi-4-hidroksikalkon

sebesar 5,3432% yang diperoleh dari data LCMS. Sedangkan variasi waktu 20, 60, 90 dan 120 menit tidak dilakukan analisa menggunakan LCMS

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat dirumuskan beberapa saran sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan penambahan persentase pada jumlah reaktan yang digunakan agar menghasilkan produk yang lebih banyak.
2. Perlu adanya pengukuran pH pada tahap penggerusan dan pada saat melarutkan hasil penggerusan ke dalam air agar mengetahui tingkat keasamannya sehingga mengurangi terjadinya reaksi reversible.
3. Perlu adanya tahap pemurnian menggunakan kolom dan rekristalisasi dengan pelarut yang sesuai untuk menghasilkan senyawa target yang lebih murni.
4. Perlu adanya tahap esterifikasi pada produk hasil sintesis agar senyawa dapat terdeteksi pada instrument GCMS.
5. Perlu adanya variasi waktu reaksi kembali menggunakan metode yang berbeda untuk menghasilkan produk yang maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, S.A. 1986. *Kimia Organik Bahan Alam Materi 4: Ilmu Kimia Flavonoid*. Jakarta: Karunika Universitas Terbuka.
- Al-Qurthubi, Syaikh Imam. 2008. *Tafsir Al-Qurthubi Jilid 7*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Al-Qurthubi, Syaikh Imam. 2009. *Tafsir Al-Qurthubi Jilid 14*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Arty, I.S., dan Rohmawati, D. 2014. Optimalisasi waktu reaksi kondensasi antara vanilin dan p-nitroasetofenon dalam katalis asam. *Jurnal Sains Dasar*, 3(1): 34-38.
- Azizah, Y., Hanapi, A., dan Adi, T.K. 2015. Synthesis of 3-(4-Hydroxy-3-Metoxyphenyl)-1-Phenyl-2-Propen-1-On and its Antioxidant Activity Assay using DPPH. *Jurnal ALCHEMY*, 4(1): 67-72.
- Bahreisy, Salim., Bahreisy, Said. 1988. *Terjemah Singkat Tafsir Ibnu Katsir Jilid 3*. Surabaya: Bina Ilmu.
- Budimarwanti, C. 2007. Sintesis Senyawa Bibenzil Dari Bahan Awal Vanilin Melalui Reaksi Wittig Dan Hidrogenasi Katalitik. *Jurdik Kimia UNY*, ISBN:978-979-99314-2-9.
- Budimarwanti, C., dan Handayani, S. 2010. Efektivitas Katalis Asam Basa Pada Sintesis 2-hidroksikalkon, Senyawa yang Berpotensi Sebagai Zat Warna. *Jurdik Kimia UNY*, ISBN:978-979-98117-7-6.
- Day, R.A., dan Underwood, A.L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Erlangga.
- Echeverria, C., Santibanez, J.F., Tauda, O.D., Escobar, C.A., dan Tagle, R.R. 2009. Structural Antitumoral Activity Relationships of Synthetic Chalcones. *International Journal of Molecular Sciences*, 10(1): 221-231.
- Eryanti, Y., Zamri, A., Jasril, dan Rahmita. 2010. Sintesis Turunan 2'-hidroksi Kalkon melalui Kondensasi Claisen-Schmidt dan Uji Aktivitasnya sebagai Antimikroba. *Jurnal Natur Indonesia*, 12(2): 223-227.
- Faridz, M.B.O. 2009. Sintesis calkon bebas Pelarut daripada Kondensasi Aldol dimungkinkan oleh Pejajal natrium Hidroksida (NaOH). *Skripsi*. Malaysia: Universitas Teknologi MARA.
- Fitriyani. 2015. Optimasi pembentukan Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon pada Variasi Jenis dan Konsentrasi Katalis Melalui Kondensasi Claisen-

Schmidt dengan Teknik Grinding. *Skripsi*. Yogyakarta: Program Study Kimia UIN Sunan Kalijaga

Fauzi'ah, L., Salmahaminati, Dimas, M., dan Ariyani, D.P. 2016. Sintesis Senyawa 3-(4'-Hidroksi-3'-Metoksifenil)-5-Fenil-4,5-Dihidroisoksazola Melalui Reaksi Sikloadisi Sebagai Kandidat Antibakteri. *Prosiding Seminar Nasional Pendidikan Sains 2016*; Surakarta, 22 Oktober 2016. Surakarta. 451.

Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik. Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.

Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S. 1991. *Kimia Organik. Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.

Hamka. 1987. *Tafsir Al-Azhar Juz 21*. Jakarta: Pustaka Panjimas.

Handayani, S., Sunarto, dan Kristianingrum, S. 2005. Optimasi Waktu Reaksi dan Konsentrasi Ion Hidroksida Pada Sintesis Flavonoid Menggunakan Benzaldehida dan Turunannya. *Jurnal Chem*, 5(2): 163-168.

Hapsari, M., Windarti, T., Purbowatiningrum, Ngadiwiyan, Ismiyanto. 2018. Synthesis of 4-hydroxy-3-methylchalcone from Reimer-Tiemann reaction product and its antibacterial activity test. *Material Science and Engineering*, 1(2): 36.

Harmastuti, N., Herowati, R., Susilowati, D., Pranowo, H.D., dan Mubarika, S. 2012. Synthesis And Cytotoxic Activity Of Chalcone Derivatives On Human Breast Cancer Cell Lines. *Jurnal Chem*, 12(3): 261-267.

Herlina, I., Safitra, E. 2018. Sintesis dan karakterisasi Silika Tersulfatasi dari Sekam Padi. *Jurnal Rekayasa Proses*, 12(1): 17-22.

Khaeruni, A.N., Firdaus, dan Soekanto, N.H. 2016. Sintesis Trans 1,3-difenil-2-propen-1-on Melalui Reaksi Kondensasi Claisen-Schmidt Terkatalis Basa Menggunakan pelarut diklorometana dan Uji Toksisitas Terhadap Artemia Salina L. *Skripsi*. Makassar: Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin.

Mariana, L., Andayani, Y., dan Gunawan, E.R. 2013. Analisis Senyawa Flavonoid Hasil Fraksinasi Ekstrak Diklorometana Daun Keluwih (*Artocarpus Camansi*). *Jurnal Chem*, 6(2): 50-55.

Mulyono, 2006. *Kamus Kimia Cetakan pertama*. Jakarta: gramedia

Palleros, D.R. 2004. *Experimental Organic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.

- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S. dan Vyvyan, J.R. 2009. *Introduction to Spectroscopy*. Philadelphia: Saunders College.
- Prabawati, S.Y., Khusnuryani, A., dan Khamidinal. Sintesis Senyawa Calcon Bebas Pelarut Sebagai Zat Antibakteri. *Jurnal ALCHEMY*, 13(1): 95-102.
- Pudjono, Sismindari, dan Widada, H. 2008. Sintesis 2,5-bis-(4'-hidroksi benzilidin) siklopentanon dan 2,5-bis-(4'-klorobenzilidin) siklopentanon serta uji antiproliferatifnya terhadap sel HeLa. *Majalah Farmasi Indonesia*, 19(1): 48-55.
- Rahman, M.A. 2011. Chalcone: A Valuable Insight into the Recent Advances and Potential Pharmacological Activities. *Chemical Sciences Journal*, 2011: CSJ-29.
- Rahman, M., Ali, R., Jahng, Y., dan Kadi, A. 2012. A Facile Solvent Free Claisen Schmidt Reaction: Synthesis of α,α' -bis-(Substituted benzylidene) cycloalkanones and α,α' -bis-(Substitutedalkylidene) cycloalkanones. *International Journal of Molecular Sciences*, 17(1): 571-583.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Yogyakarta: UGM Press
- Saxena, H. O., dkk. 2007. Synthesis of chalcone derivatives on steroidal framework and their anticancer activities. *Journal ScienceDirect*, 72(1): 892-900.
- Siddiqui, A.A., Rahman, A., Shaharyar, Md., dan Mishra, R. 2010. Synthesis And Anticonvulsant Activity Of Some Substituted 3,5-Diphenyl-2- Pyrazoline-1-Carboxamide Derivatives. *Chemical Sciences Journal*, 2010: CSJ-8.
- SIDS Dossier. 1996. *Introduction Vanilin*. UNEP Publication.
- Suirta, I.W. 2016. Sintesis Senyawa kalkon Serta Uji Aktivitas Sebagai Antioksidan. *Jurnal Kimia*, 10(1): 75-80.
- Sumardjo, D. 2009. *Pengantar Kimia: Buku Panduan Kuliah Mahasiswa Kedokteran*. Jakarta: EGC.
- Syam, S., Abdelwahab, S.I., Ali, M., dan Mohan, S. 2012. Synthesis of Chalcones with Anticancer Activities. *International Journal of Molecular Sciences*, 17(1): 6179-6195.
- Sykes, P. *Penuntun Mekanisme Reaksi Kimia Organik*. Terjemahan Hartono, A., dkk. 1989. Jakarta: PT.Gramedia.
- Ulum, C. 2016. Sintesis Senyawa 1,5-bis(4-hidroksi-3-metoksifenil)penta-1,4-dien-3-on dengan Variasi Mol Vanilin Melalui Kondensasi Claisen-Schmidt

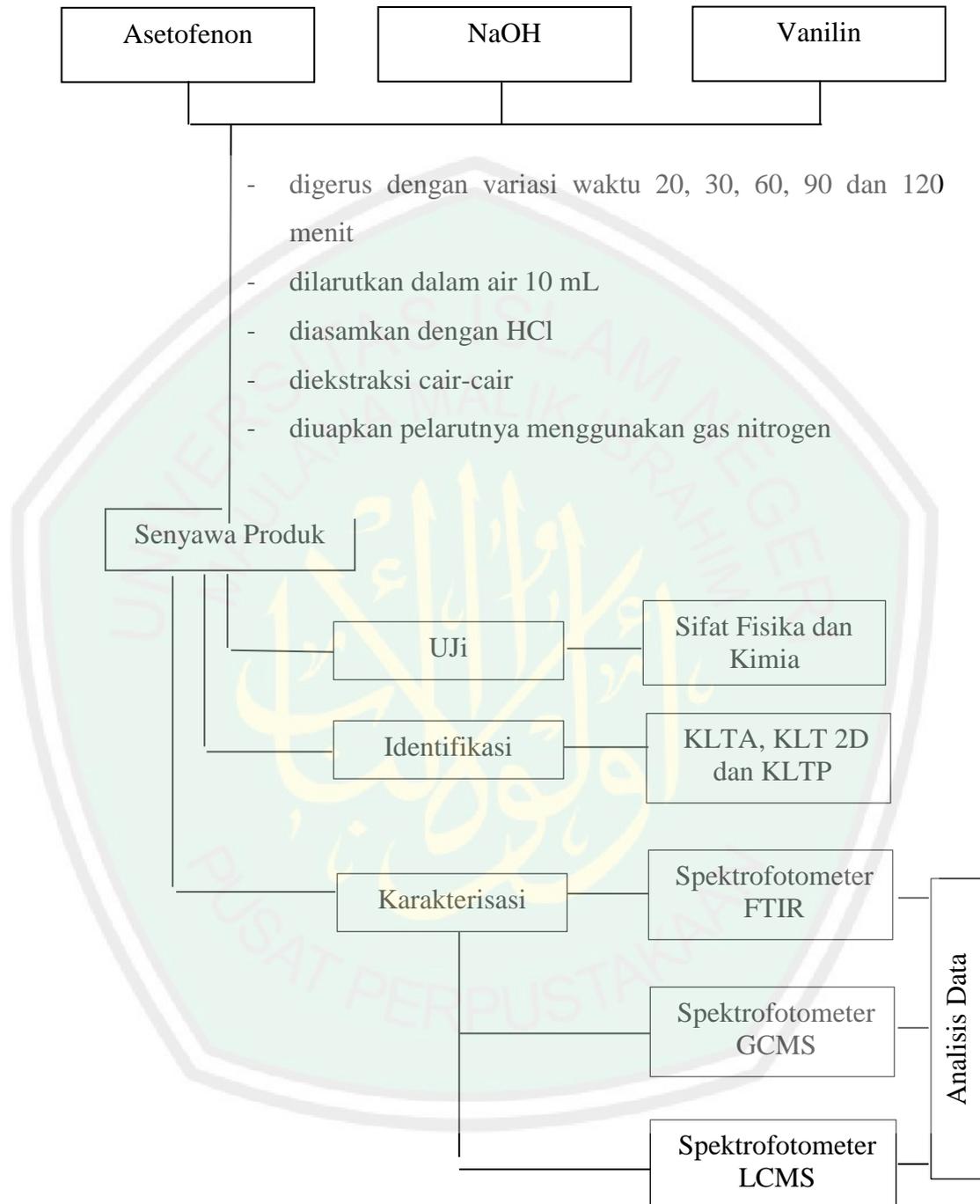
Teknik Penggerusan. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim.

Wunga, H., Arty, I. 2017. Optimasi Waktu Pengadukan Sintesis Senyawa Kalkon dari 4-bromoasetofenon dan Vanilin dalam Suasana Basa. *Jurnal Kimia Dasar*, 6(3): 83-89.



Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

1.1 Rancangan Penelitian



1.2 Sintesis senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon

NaOH

- diambil sebanyak 0,29 g
- dimasukkan dalam mortar
- ditambahkan Asetofenon sebanyak 0,29 mL
- ditambahkan Vanilin sebanyak 0,38 g
- digerus dengan variasi waktu 20, 30, 60, 90 dan 120 menit
- didiamkan selama 1 jam
- ditambahkan aquades sebanyak 10 mL
- diasamkan dengan HCL 2M tetes demi tetes
- diekstraksi menggunakan corong pisah
- diuapkan pelarutnya dengan gas nitrogen
- ditimbang
- diuji sifat fisika dan kimia
- diidentifikasi menggunakan KLTA, KLT 2D dan KLTP
- dikarakterisasi menggunakan FTIR, GCMS dan LCMS

Senyawa Produk

1.3 Uji Sifat Fisika dan Kimia

Senyawa Produk

- diamati bentuk dan warnanya
- diamati kelarutannya dalam pelarut air, etanol dan kloroform
- diuji titik leleh menggunakan MPA
- direaksikan dengan NaOH 2M dan HCl 2M
- diamati warnanya

Hasil

1,4 Identifikasi Senyawa Produk Hasil Sintesis menggunakan KLT

1.4.1 Kromatografi Lapis Tipis Analitik (KLTA)

Senyawa Produk

- dilarutkan dalam kloroform
- ditotolkan pada plat KLT silica GF₂₅₄ berukuran 10 x 10 cm yang telah dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 20 menit dengan jarak 1 cm dari tepi bawah
- dimasukkan dalam *chamber* yang berisi eluen berupa n-heksana:etil asetat:kloroform (1:1:1) yang telah dijenuhkan
- diangkat plat silica sebelum 1 cm tepi akhir
- dikeringkan
- disinari dengan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm
- diamati spot yang terbentuk
- dibandingkan dengan spot vanilin dan asetofenon

Hasil

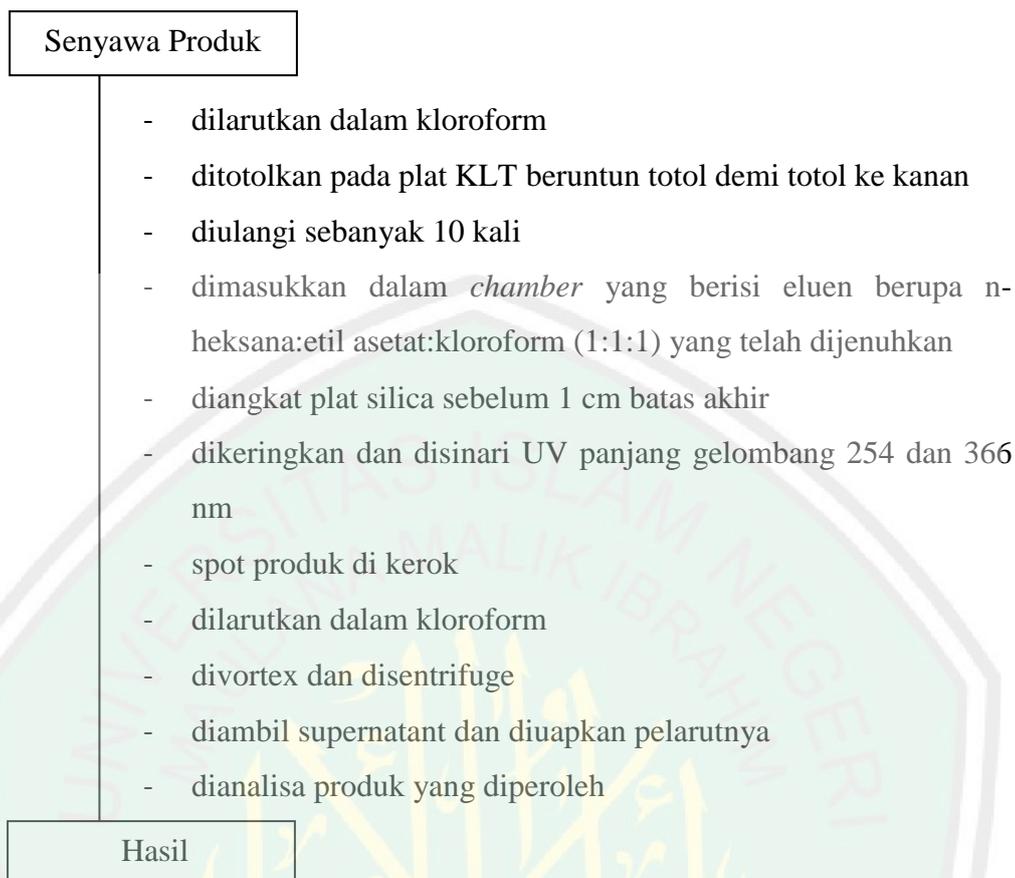
1.4.2 Kromatografi Lapis Tipis 2 Dimensi (KLT 2-D)

Senyawa Produk

- dilarutkan dalam kloroform
- ditotolkan pada plat KLT silica GF₂₅₄ berukuran 10 x 10 cm yang telah dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 20 menit dengan jarak 1 cm dari tepi bawah
- dimasukkan dalam *chamber* yang berisi eluen berupa n-heksana:etil asetat:kloroform (1:1:1) yang telah dijenuhkan
- diangkat plat silica sebelum 1 cm batas akhir
- dikeringkan dan disinari UV panjang gelombang 254 dan 366 nm
- dimasukkan kembali ke dalam *chamber* yang berisi eluen kloroform : etil asetat (9:1)
- diamati perubahannya

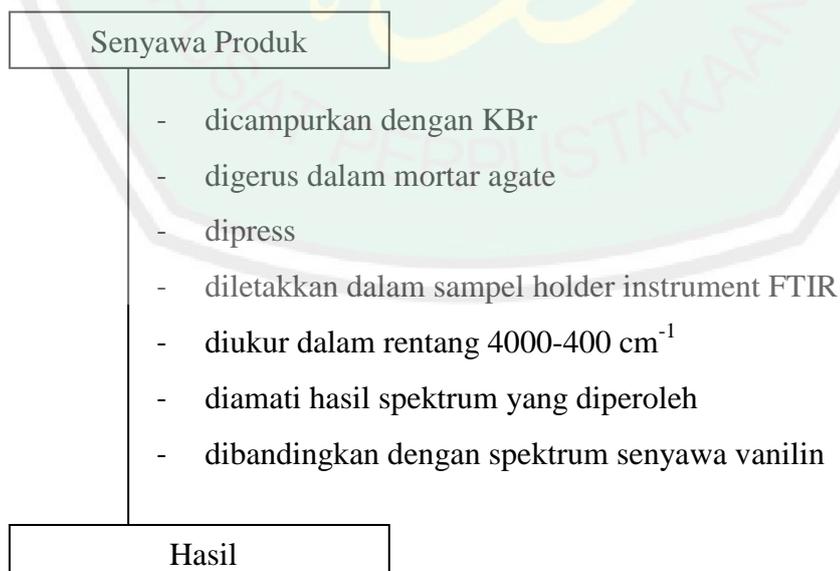
Hasil

1.4.3 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLTP)

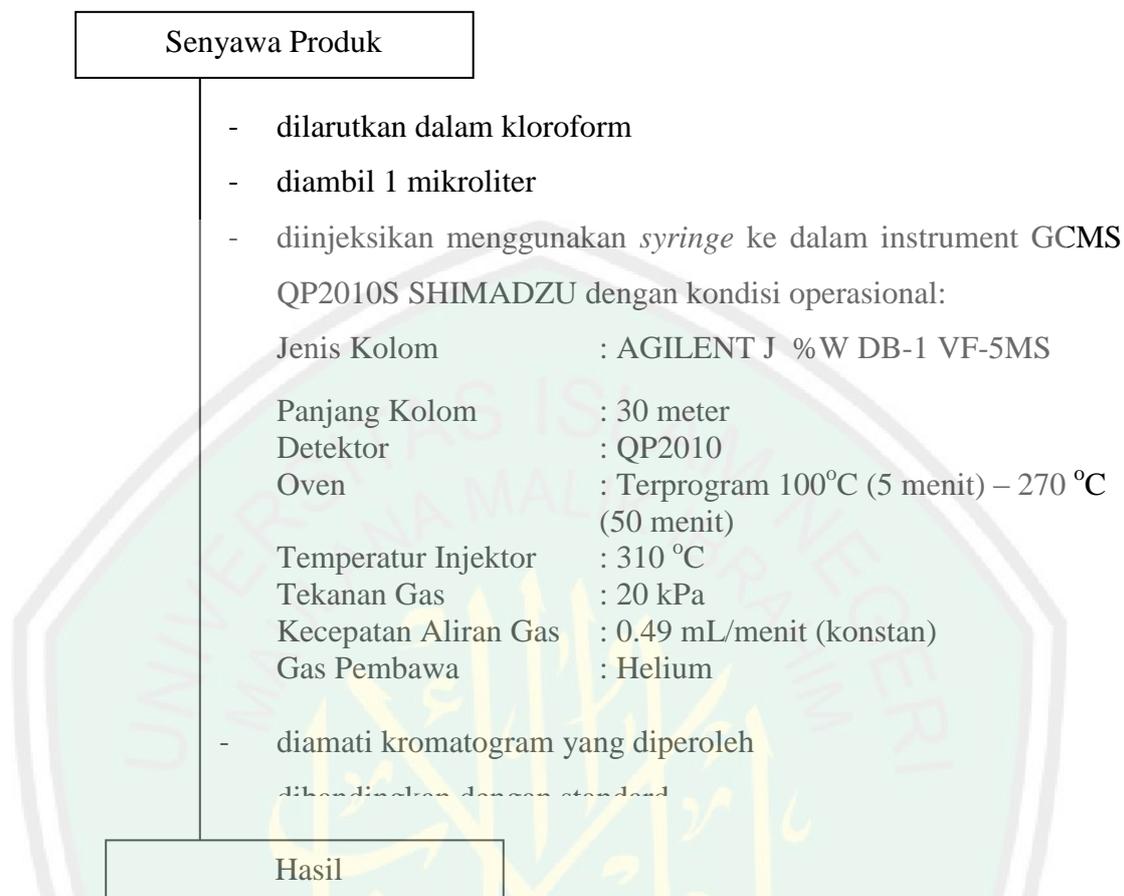


1.6 Karakterisasi Produk Hasil Sintesis

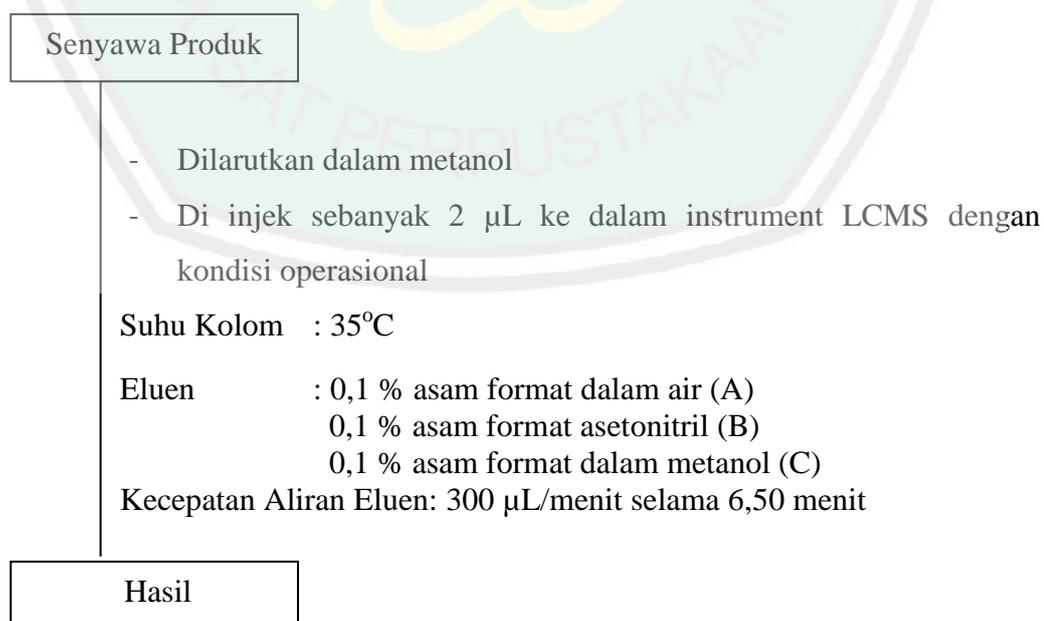
1.6.1 Karakterisasi menggunakan FTIR



1.6.2 Karakterisasi menggunakan GCMS



1.6.3 Karakterisasi menggunakan LCMS



Lampiran 2. Perhitungan

2.1 Perhitungan Massa senyawa Vanilin 2,5 mmol

$$\begin{aligned} \text{Rumus Molekul} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3 \\ \text{BM Senyawa} &= 152,15 \text{ g/mol} \\ \text{Mol Senyawa} &= 0,0025 \text{ mol} \\ \text{Massa Senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0025 \text{ mol} \times 152,15 \text{ g/mol} \\ &= 0,38 \text{ g} \end{aligned}$$

2.2 Perhitungan Masaa Senyawa Asetofenon 2,5 mmol

$$\begin{aligned} \text{Rumus Molekul} &= \text{C}_8\text{H}_8\text{O} \\ \text{BM Senyawa} &= 120,15 \text{ g/mol} \\ \text{BJ Senyawa} &= 1,03 \text{ g/mL} \\ \text{Mol Senyawa} &= 0,0025 \text{ mol} \\ \text{Volume Senyawa} &= \frac{\text{mol} \times \text{BM}}{\text{BJ}} \\ &= \frac{0,0025 \text{ mol} \times 120,15 \text{ g/mol}}{1,03 \text{ g/mL}} \\ &= 0,29 \text{ mL} \end{aligned}$$

2.3 Perhitungan Massa Senyawa NaOH 7,5 mmol

$$\begin{aligned} \text{BM Senyawa} &= 39,997 \text{ g/mol} \\ \text{Mol Senyawa} &= 0,0075 \text{ mol} \\ \text{Massa Senyawa} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,0075 \text{ mol} \times 39,997 \text{ g/mol} \\ &= 0,29 \text{ g} \end{aligned}$$

2.4 Pembuatan Larutan HCl 2M

$$\begin{aligned} \text{Berat Jenis} &= 1,19 \text{ g/mL} \\ \text{Berat Molekul} &= 36,5 \text{ g/mol} \\ \text{Konsentrasi HCL} &= 37 \% \text{ (b/b)} \\ 37 \% &= \frac{37 \text{ g HCl}}{100 \text{ g larutan}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol Senyawa (n)} &= \frac{g}{M_r} = \frac{37 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol}} = 1,0137 \text{ mol} \\ \rho &= \frac{\text{Massa Larutan (g)}}{\text{Volume (mL)}} \\ V &= \frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g/mL}} = 84,03 \text{ mL} \\ M &= \frac{n}{V} = \frac{1,0137 \text{ mol}}{84,03 \text{ mL}} = \frac{1,0137 \text{ mol}}{84,03 \times 10^{-3} \text{ mL}} = 12,064 \text{ M} \\ M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 12,064 \text{ M} \times V_1 &= 2 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{2 \text{ M} \times 50 \text{ mL}}{12,064 \text{ M}} = 8,29 \text{ mL} = 8,3 \text{ mL} \end{aligned}$$

Keterangan:

Cara pembuatan HCl 2M dengan dipipet HCl 37 % sebanyak 8,3 mL dan dilarutkan dalam aquades hingga volume 50 mL.

2.5 Perhitungan Stoikiometri Massa Senyawa Hasil Sintesis

Reaksi = senyawa vanilin (1) + senyawa asetofenon (2) → senyawa (3)

| Reaksi | Senyawa Vanillin | + | Senyawa asetofenon | → | Senyawa Produk |
|-----------|---------------------|---|-----------------------|---|-------------------|
| Mula-mula | 0,0025 mol | | 0,0025 mol | | - |
| Bereaksi | 0,0025 mol | | 0,0025 mol | | 0,0025 mol |
| Setimbang | - | | - | | 0,0025 mol |

Rumus molekul senyawa (3) = $C_{16}H_{16}O_3$

BM senyawa (3) = 256,30064 g/mol

Mol senyawa (3) = 0,0025 mol

Massa senyawa (3) Teoritis = mol x BM

$$= 0,0025 \text{ mol} \times 256,30064 \text{ g/mol}$$

$$= 0,6407 \text{ gr}$$

Produk 1 (Penggerusan 20 menit)

Massa sintesis = 0,3557

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,3557 \text{ g}}{0,6407 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$= 55,51 \%$$

Produk 2 (Penggerusan 30 menit)

$$\text{Massa sintesis} = 0,3995$$

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,3995 \text{ g}}{0,6407 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$= 62,35 \%$$

Produk 3 (Penggerusan 60 menit)

$$\text{Massa sintesis} = 0,3873$$

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,3873 \text{ g}}{0,6407 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$= 60,45 \%$$

Produk 4 (Penggerusan 90 menit)

$$\text{Massa sintesis} = 0,3719$$

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,3719 \text{ g}}{0,6407 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$= 58,04 \%$$

Produk 5 (Penggerusan 120 menit)

$$\text{Massa sintesis} = 0,3659$$

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Massa yang didapat}}{\text{Massa teoritis}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,3659 \text{ g}}{0,6407 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$= 57,10 \%$$

2.6 Perhitungan Hasil Resolusi Variasi Eluen KLTA

$$\text{Resolusi} = \frac{d}{(W_1+W_2)\sqrt{2}} =$$

d = jarak antar 2 pusat spot noda

W1 dan W2 = lebar spot noda

$$1 \quad \text{Kloroform} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,3}{(0,4+0,3)\sqrt{2}} = 0,3030$$

$$2 \quad \text{Kloroform:etanol (1:1)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,5}{(0,8+1)\sqrt{2}} = 0,1964$$

$$3 \quad \text{Kloroform:etanol (9:1)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,3}{(1,2+0,8)\sqrt{2}} = 0,3535$$

$$4 \quad \text{Kloroform:n-heksana (3:1)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,3}{(0,4+0,5)\sqrt{2}} = 0,2357$$

$$5 \quad \text{Kloroform:n-heksana (2:1)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,6}{(0,4+0,9)\sqrt{2}} = 0,3263$$

$$6 \quad \text{Kloroform:n-heksana (4:1)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,4}{(0,5+0,7)\sqrt{2}} = 0,2357$$

$$7 \quad \text{n-heksana:etil asetat (1:2)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,5}{(0,6+0,4)\sqrt{2}} = 0,3535$$

$$8 \quad \text{n-heksana:etil asetat (2:1)} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,4}{(0,3+0,4)\sqrt{2}} = 0,4041$$

$$9 \quad \text{n-heksana:etil asetat:kloroform (1:1:2)} \\ \text{spot 1 - 2} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,4}{(0,3+0,5)\sqrt{2}} = 0,3535$$

$$\text{spot 2 - 3} \quad \text{Resolusi} = \frac{1,2}{(0,4+0,3)\sqrt{2}} = 1,2121$$

$$10 \quad \text{n-heksana:etil asetat:kloroform (2:1:2)} \\ \text{spot 1 - 2} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,3}{(0,3+0,4)\sqrt{2}} = 0,3030$$

$$\text{spot 2 - 3} \quad \text{Resolusi} = \frac{1,5}{(0,3+0,3)\sqrt{2}} = 1,7677$$

$$11 \quad \text{n-heksana:etil asetat:kloroform (1:1:1)} \\ \text{spot 1 - 2} \quad \text{Resolusi} = \frac{0,8}{(0,6+0,7)\sqrt{2}} = 0,4351$$

$$\text{spot 2 - 3} \quad \text{Resolusi} = \frac{1,8}{(0,4+0,6)\sqrt{2}} = 1,2728$$

2.7 Perhitungan Rf Hasil KLTA

Vanilin

$$\text{Spot 1} = \frac{4,8}{8,5} = 0,564$$

Asetofenon

$$\text{Spot 3} = \frac{6,8}{8,5} = 0,8$$

Produk 1 (Penggerusan 20 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{4,9}{8,5} = 0,576 \quad \text{spot 2} = \frac{5,5}{8,5} = 0,647$$

Produk 2 (Penggerusan 30 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{4,9}{8,5} = 0,576 \quad \text{spot 2} = \frac{5,5}{8,5} = 0,647$$

Produk 3 (Penggerusan 60 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{4,9}{8,5} = 0,576 \quad \text{spot 2} = \frac{5,5}{8,5} = 0,647$$

Produk 4 (Penggerusan 90 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{5}{8,5} = 0,58 \quad \text{spot 2} = \frac{5,6}{8,5} = 0,658$$

Produk 5 (Penggerusan 120 menit)

$$\text{Spot 1} = \frac{5,01}{8,5} = 0,59 \quad \text{spot 2} = \frac{5,75}{8,5} = 0,676$$

2.8 Perhitungan Peresentase Senyawa pada Hasil LCMS (Produk penggerusan 30 menit)

$$\text{Presentase} : \frac{\text{Area Puncak senyawa}}{\text{Total area puncak senyawa}} \times 100 \%$$

Vanilin :

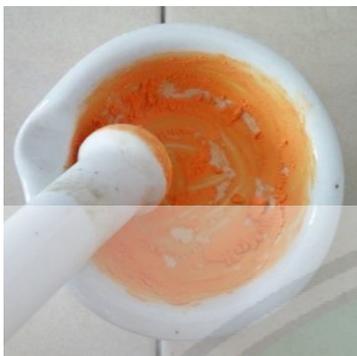
$$\frac{4706513}{5008159} \times 100 \% = 93,9768 \%$$

Senyawa 3-metoksi-4-hidroksikalkon:

$$\frac{267600,8}{5008159} \times 100 \% = 5,3432 \%$$

Senyawa 3-(4-hidroksi-3-metoksifenil)-1,5-difenilpentana-1,5-dion:

$$\frac{34046,12}{5008159} \times 100 \% = 0,6798 \%$$

Lampiran 3. Dokumentasi**3.1 Sintesis Senyawa Turunan Kalkon dari Vanilin dan Asetofenon**

Hasil Penggerusan



Penambahan Air 10 mL



Penambahan HCl 2



Ekstraksi Cair-Cair



Produk



Produk Hasil Sintesis



Reaktan Vanilin

3.2 Uji Kimia



Uji Kimia Reaksi dengan NaOH

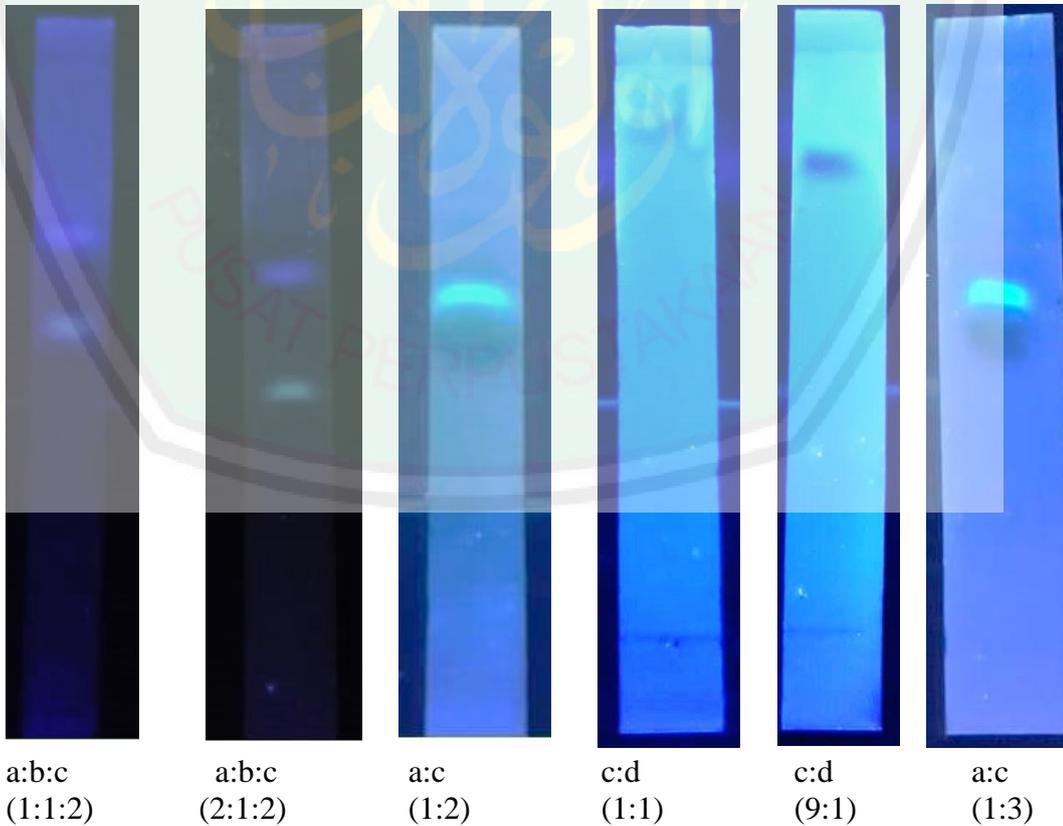


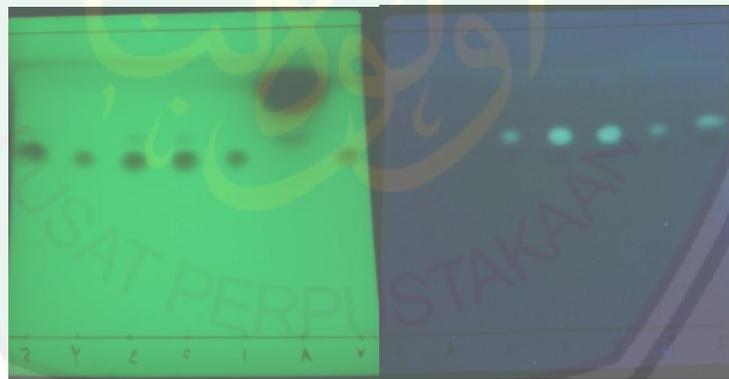
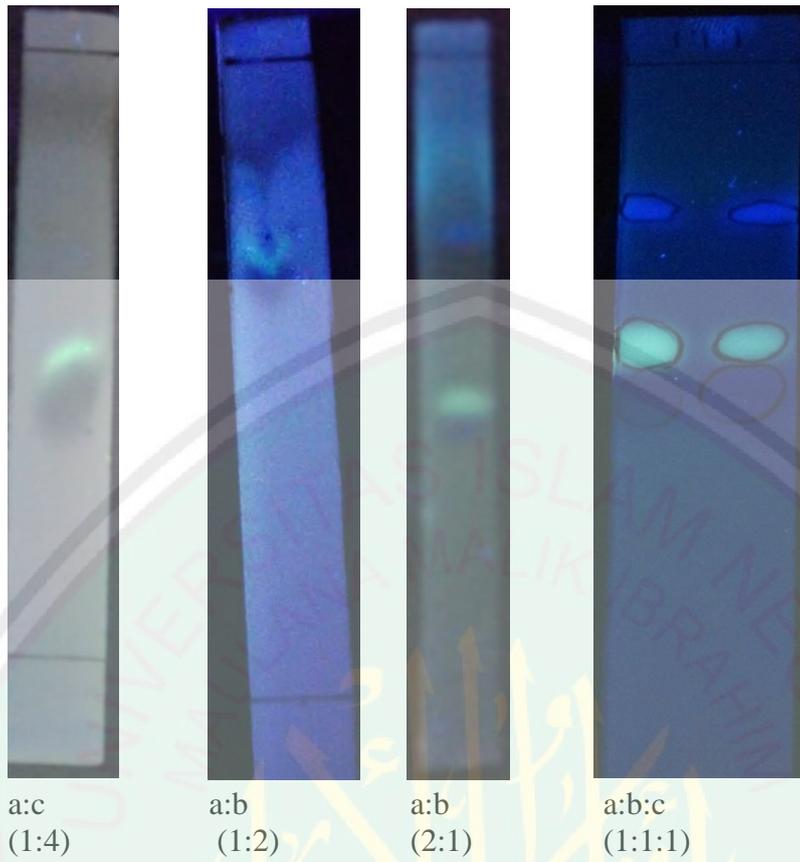
Uji Kimia Reaksi dengan HCl

3.2 KLT

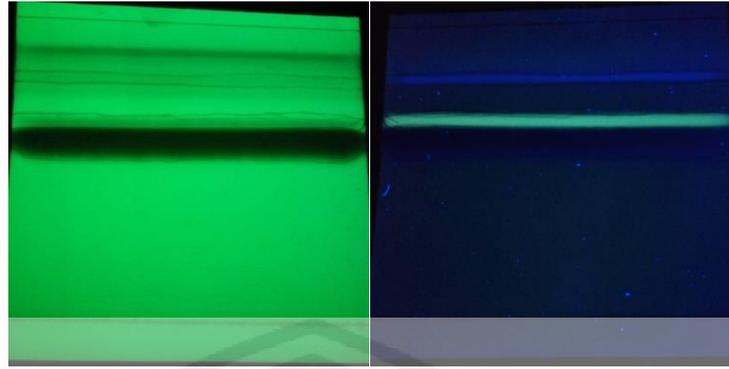
Hasil variasi eluen KLTA di bawah UV 366 nm

Keterangan: a. n-heksana
b. etil asetat
c. kloroform
d. etanol



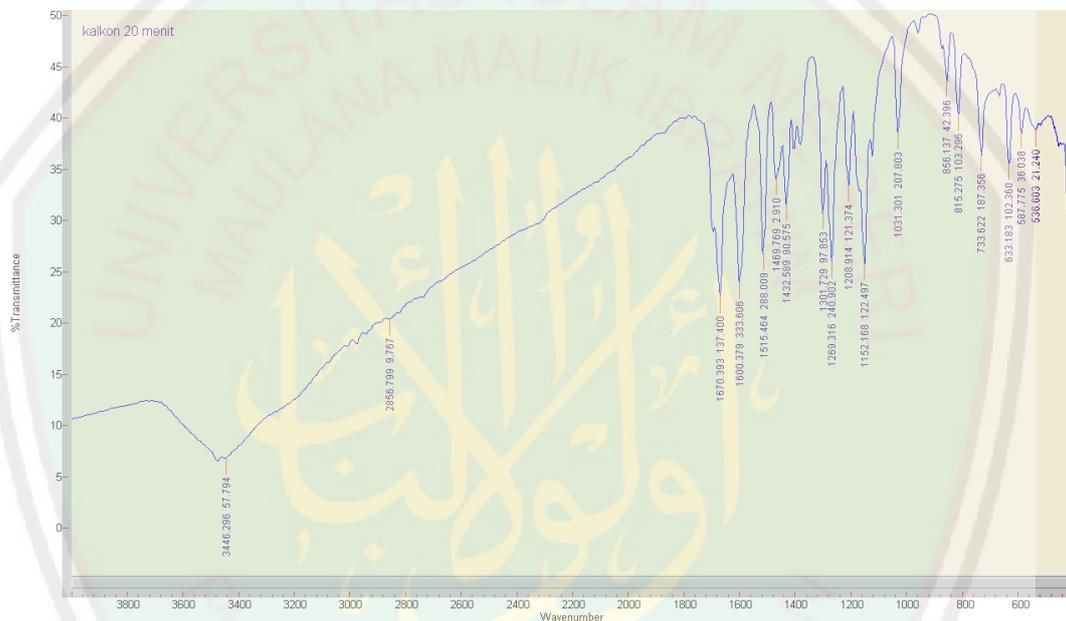


Hasil KLTA di bawah lampu UV 254 nm dan 366 nm

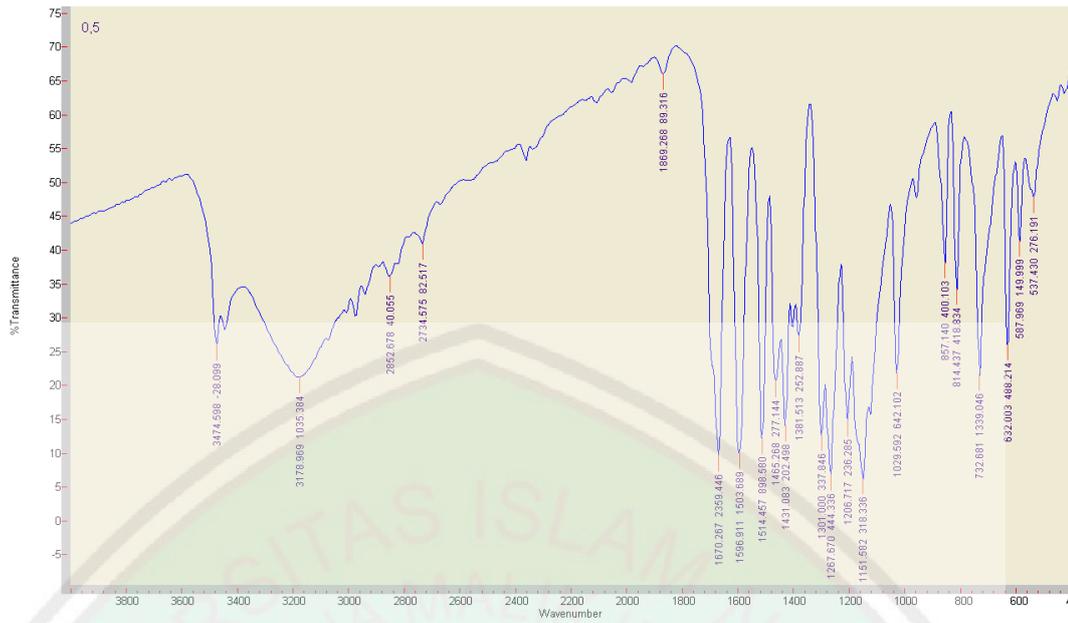


Hasil KLTP di bawah lampu UV 254 nm dab 366 nm

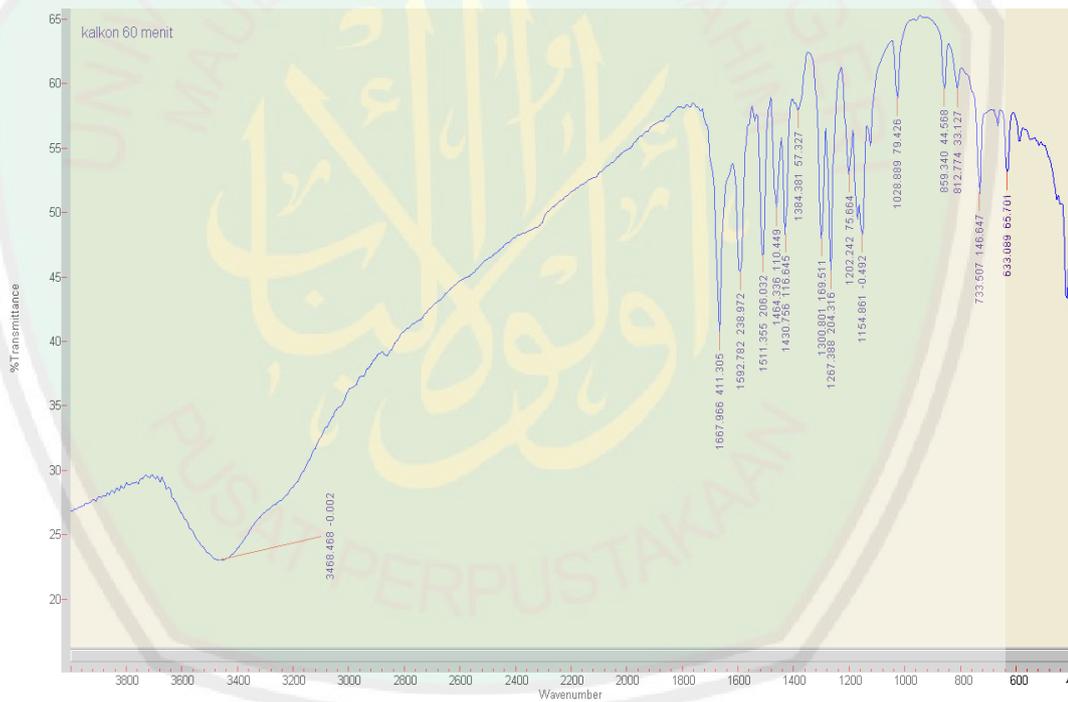
3.2 Hasil Karakterisasi Produk Hasil Sintesis



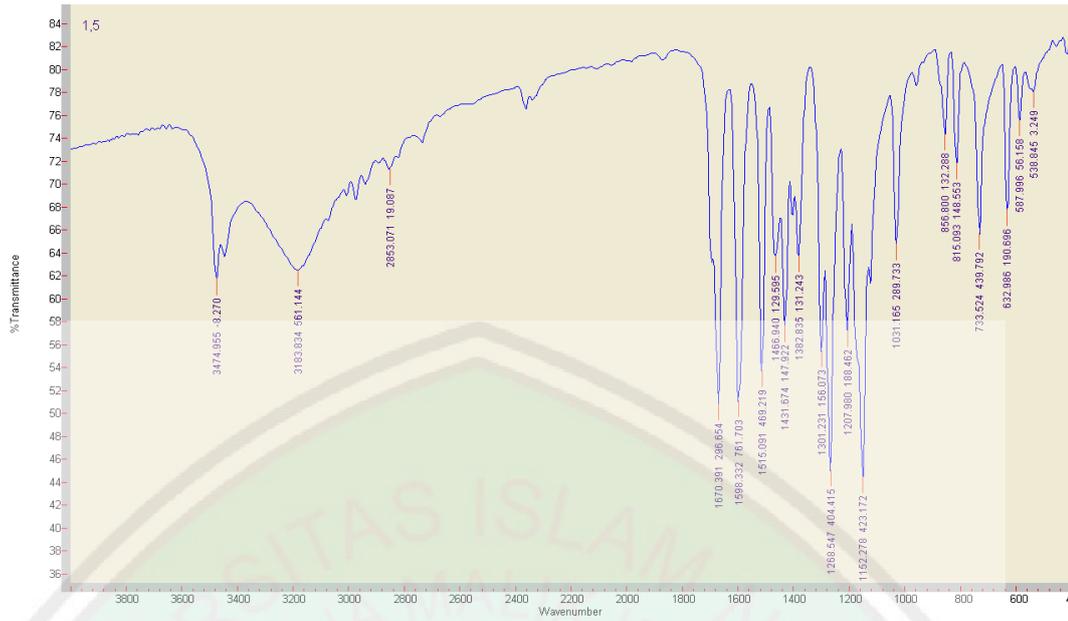
Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis Penggerusan 20 menit



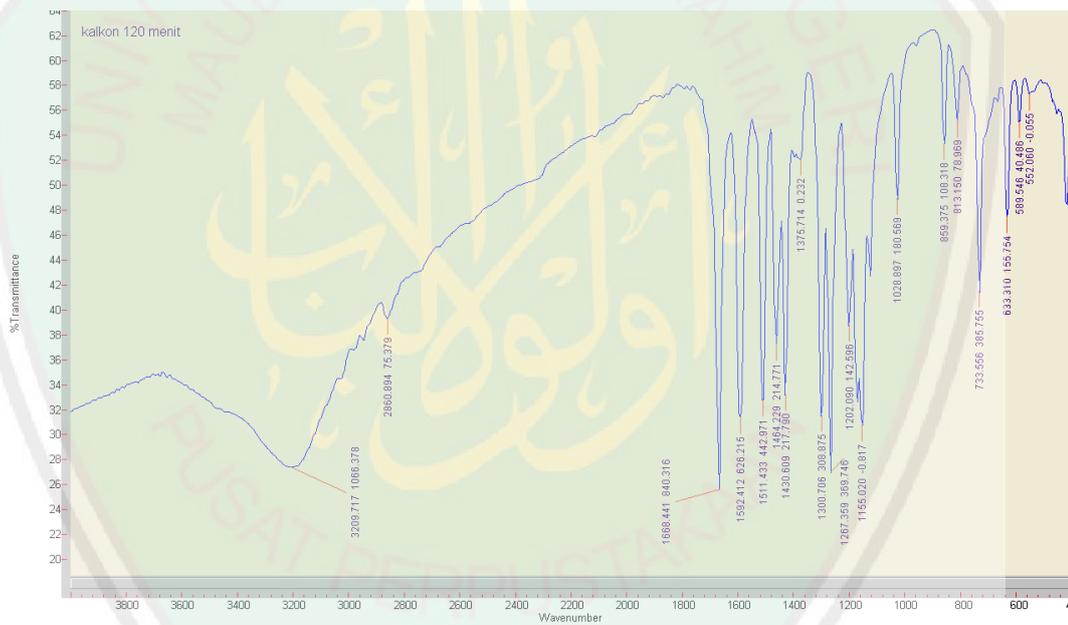
Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis Penggerusan 30 menit



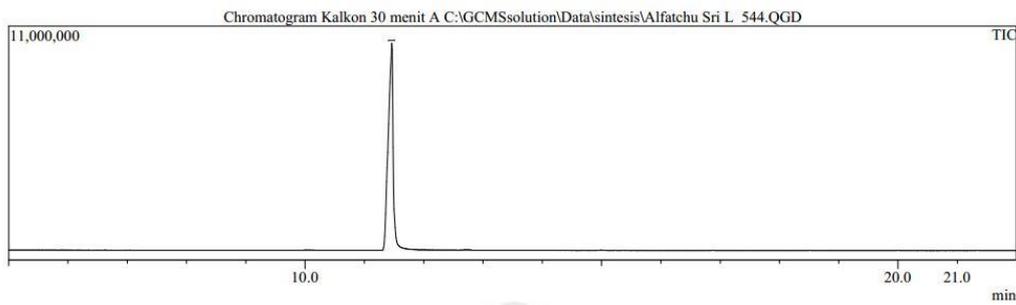
Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis Penggerusan 60 menit



Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis Penggerusan 90 menit



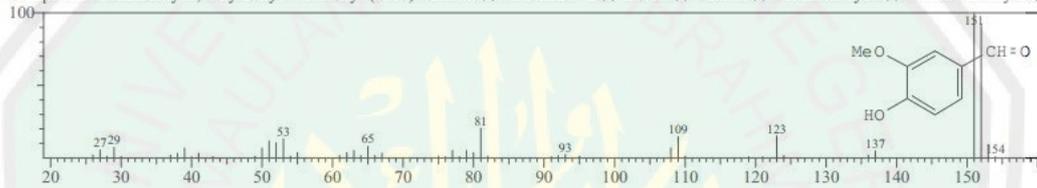
Spektra FTIR Produk Hasil Sintesis Penggerusan 120 menit



| Peak# | R.Time | I.Time | F.Time | Area | Area% | Height | Height% | A/H | Mark | Name |
|-------|--------|--------|--------|----------|--------|----------|---------|------|------|------|
| 1 | 11.460 | 11.208 | 11.633 | 56505161 | 100.00 | 10029947 | 100.00 | 5.63 | MI | |
| | | | | 56505161 | 100.00 | 10029947 | 100.00 | | | |

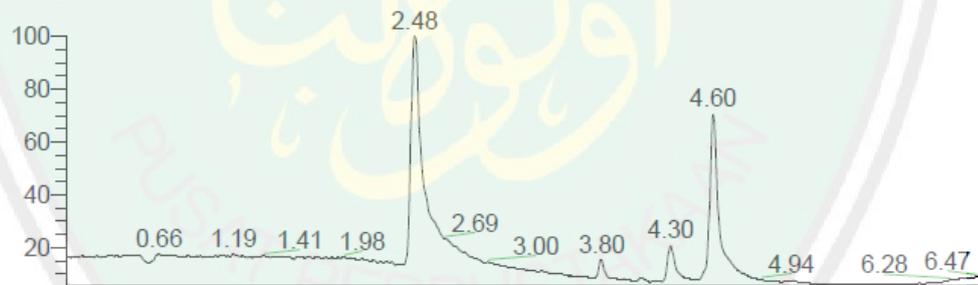
Kromatogram GC Produk Hasil Sintesis

Hit#:1 Entry:40736 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C₈ H₈ O₃ CAS:121-33-5 MolWeight:152 RetIndex:0
 CompName:Benzaldehyde, 4-hydroxy-3-methoxy- (CAS) Vanillin \$\$ VANILLINE \$\$ Lioxin \$\$ Vanilin \$\$ Vanillaldehyde \$\$ Vanillic aldehyde \$



Spektra MS Produk Hasil Sintesis

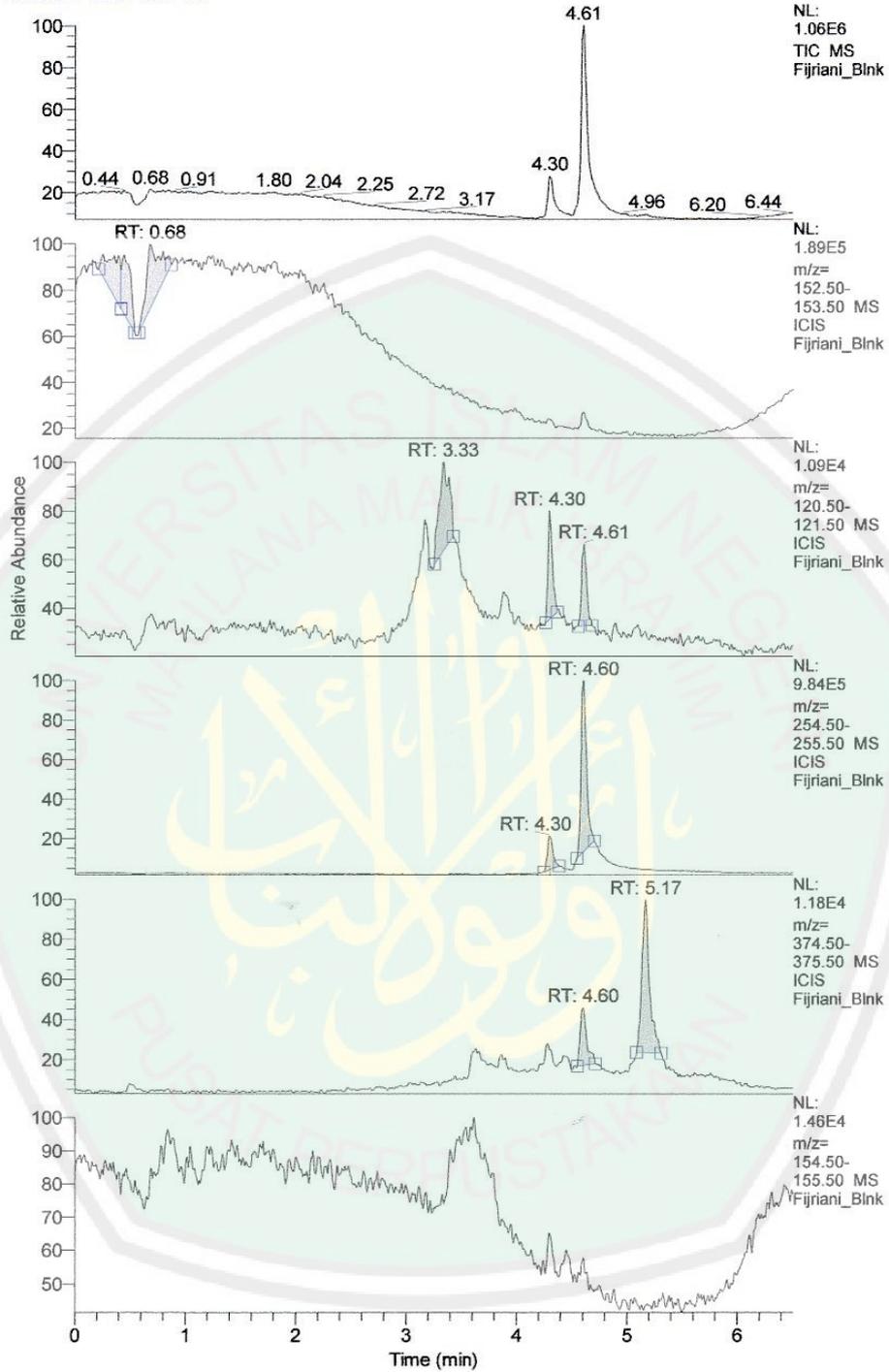
RT: 0.00 - 6.49 SM: 7G



Kromatogram LCMS Produk Hasil Sintesis

E:\DATA RAW\Des_18\Fijriani_Blnk

RT: 0.00 - 6.50 SM: 7G



E:\DATA RAW\Des_18\Fijriani_UIN4

RT: 0.00 - 6.49 SM: 7G

