

## OPTIMASI WAKTU PENGADUKAN SINTESIS SENYAWA KALKON DARI 4-BROMOASETOFENON DAN VANILIN DALAM SUASANA BASA

### *OPTIMIZATION STIRRING TIME OF CHALCONE SYNTHESIS FROM 4-BROMOACETOPHENON AND VANILLIN UNDER ALKALINE CONDITION*

Oleh : **Hanavin Wolla Wunga** , Prof. Dr. Indyah Sulistyo Arty M,S  
Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Negeri Yogyakarta  
[hanavinwolla@gmail.com](mailto:hanavinwolla@gmail.com) , [indyah\\_sa@uny.ac.id](mailto:indyah_sa@uny.ac.id)

#### **Abstrak**

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu reaksi optimum hasil sintesis antara 4-bromoasetofenon dan vanilin dalam suasana basa dengan waktu pengadukan 3, 5 dan 7 jam, yang ditunjukkan oleh rendemen maksimum pada hasil sintesis. Selain itu, juga mengidentifikasi senyawa hasil sintesis menggunakan spektrofotometer UV-Vis, IR dan <sup>1</sup>H-NMR. Penelitian dalam kondisi basa ini diawali dengan mereaksikan senyawa 4-bromoasetofenon dan vanilin dengan variasi waktu pengadukan yaitu 3, 5 dan 7 jam pada suhu 5-10°C. Hasil pengadukan didiamkan selama seminggu dalam lemari es. Pemurnian (rekristalisasi) menggunakan pelarut etanol-akuades dengan perbandingan 1:1. Senyawa hasil diidentifikasi menggunakan spektrofotometer IR, UV-Vis dan <sup>1</sup>H-NMR. Hasil penelitian ini menunjukkan rendemen untuk masing-masing variasi waktu pengadukan 3 jam, 5 jam dan 7 jam berturut-turut adalah sebanyak 1,901%; 5,120% dan 5,362%. Waktu reaksi optimum dengan rendemen terbanyak adalah 7 jam dan hasil identifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, IR dan <sup>1</sup>H-NMR menunjukkan bahwa senyawa hasil merupakan turunan kalkon.

**Kata kunci:** Kalkon, 4-bromoasetofenon, vanilin, reaksi kondensasi.

#### **Abstract**

*The aim of this research is to determine the optimum reaction time of synthesis product between 4-bromoacetophenon and vanillin as the starting material and NaOH as the catalyst at various stirring reaction time 3,5 and 7 hours which is depend on the highest yield of the synthesis product and also to analyse the yield using UV-Vis, IR, 1H-NMR spectrophotometer. This research-under base condition was started by reacting 4-bromoacetophenon and vanillin with various stirring time 3,5,7 hours at 5-10°C. The yield of stirring process was settling in the refrigerator for a week. Purification was done by recrystalization using ethanol-aquadest (1:1) as the solvent. All the yield of each product were identified using UV-Vis, IR and 1H-NMR spectrophotometer. The result shows that the yield for each variation stirring time 3,5 and 7 hours respectively were 1,901; 5,120% and 5,362%. The optimum stirring time with highest yield was at 7 hours. According to UV-Vis, IR, 1H-NMR spectra analyses, the result was predicted as derivative compound of chalcone.*

**Key words:** Chalcone, 4-bromoacetophenon, vanillin, Claisen Schmidt, alkaline condition.

#### **PENDAHULUAN**

Flavonoid merupakan salah satu senyawa metabolit sekunder yang termasuk dalam golongan senyawa fenolik<sup>[1,2]</sup> yang memiliki beragam jenis

kerangka dan memiliki aktivitas biologi yang sangat beragam seperti : antioksidan, antiinflamasi, antikanker, antibakteri dan anti-jamur<sup>[3]</sup>. Kalkon merupakan salah satu bahan alam dalam jumlah yang sangat

sedikit<sup>[4]</sup>, mempunyai aktivitas biologi, antara lain sebagai anti kanker<sup>[5]</sup> dan antioksidan<sup>[6]</sup>. Hal ini karena di alam terdapat *enzym chalcone sintetase* (CSH) yang segera mengubah kalkon menjadi flavanon<sup>[7]</sup>. Oleh karena itu, upaya sintesis senyawa kalkon dan derivatnya dilakukan melalui kondensasi aldol silang atau reaksi kondensasi Claisen Schmidt, dengan basa hidroksida atau alkoksida dalam pelarut protik<sup>[8]</sup>. Katalis basa yang biasa digunakan adalah basa kuat seperti NaOH, KOH, Ba(OH)<sub>2</sub>, LiOH.H<sub>2</sub>O<sup>[9,10]</sup>

Keberhasilan sintesis senyawa kalkon yang dilakukan oleh Perkin dan Robinson menjadi acuan bagi peneliti-peneliti selanjutnya seperti Rizky Dermawan, dkk (2015)<sup>[11]</sup> tentang senyawa turunan kalkon (*Trans* 1,3 digenil-2-propen-1-on) menunjukkan bahwa NaOH merupakan katalis yang paling efektif ditunjukkan dengan rendemen terbanyak. Penggunaan suhu 5-10°C oleh peneliti selanjutnya (Rotama, 2011)<sup>[12]</sup> dengan lama reaksi 5 jam menghasilkan senyawa kalkon dengan rendemen sebesar 46,27%.

Berdasarkan beberapa uraian di atas, maka pada penelitian ini dilakukan pengembangan metode sintesis kalkon yang dilakukan Cahya Rotama untuk menentukan waktu reaksi optimum pada sintesis senyawa 1-(4-bromofenil)-3-(4-hidroksi-3 metoksi- fenil)-2-propen-1-on

dengan bahan dasar 4- bromoasetofenon dan vanilin menggunakan reaksi kondensasi Claisen Schmidt pada suasana basa dengan suhu reaksi 5-10°C. Waktu reaksi optimum yang diperoleh ditentukan oleh rendemen terbanyak dari ketiga waktu reaksi yang digunakan.

## **METODE PENELITIAN**

### **Jenis penelitian**

Penelitian ini menggunakan pendekatan kualitatif dan kuantitatif. Pendekatan kualitatif dilakukan dengan menganalisis spektra UV-Vis, IR, dan <sup>1</sup>H-NMR, sedangkan pendekatan kuantitatif yang digunakan berupa perhitungan rendemen senyawa hasil.

### **Waktu dan Tempat Penelitian**

Tempat dilaksanakannya penelitian ini adalah Laboratorium terpadu FMIPA UNY dan dilaksanakan dari bulan april-november 2016.

### **Target/Subjek Penelitian**

Target penelitian ini adalah waktu optimum untuk mensintesis senyawa kalkon dari reaksi kondensasi aldol antara 4-bromoasetofenon dan vanilin dalam suasana basa dan subjek penelitian ini adalah senyawa hasil reaksi kondensasi Claisen Schmidt antara 4-bromoasetofenon dan vanilin dalam suasana basa.

### Data, Instrumen dan Teknik Pengumpulan Data

Data yang digunakan diperoleh dari hasil analisis spektra spektrofotometer UV 2400PC, spektrofotometer Infra Merah (Shimadzu FTIR Prestige 21), spektrofotometer <sup>1</sup>H-NMR (H-NMR, Jeol JNM-MY 500), Plat KLT silica Gel 60 GF254 (Merck).

### Prosedur

Reaksi kondensasi antara 4-bromoasetofenon dengan vanilin. Kristal 4-bromoasetofenon sebanyak 0,01 mol (1,99 gram) dilarutkan dengan 5 ml etanol dalam labu leher tiga kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 30 menit. Katalis NaOH sebanyak 0,04 mol (1,6 gram) dilarutkan dalam 3,2 ml akuades dan ditambahkan tetes demi tetes ke dalam labu leher tiga. Selanjutnya, Vanilin sebanyak 0,01 mol (1,52 gram) yang telah dilarutkan dalam 5 ml etanol ditambahkan tetes demi tetes ke dalam labu leher tiga setelah pengadukan NaOH dan 4-bromoasetofenon selama beberapa saat. Penambahan akuades sebanyak 1,8 ml ke dalam labu leher tiga bertujuan agar pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dapat berjalan stabil. Pengadukan dilakukan dengan variasi waktu yang berbeda yaitu 3 jam, 5 jam, dan 7 jam. Endapan yang dihasilkan disimpan dalam lemari es selama 1 minggu dan dicuci dengan akuades hingga PH netral serta disaring

menggunakan penyaring Buchner lalu dikeringkan. Endapan yang terbentuk direkristalisasi dengan campuran pelarut etanol-akuades dengan perbandingan 1:1. Endapan hasil rekristalisasi selanjutnya disaring dengan penyaring Buchner dan dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan. Untuk menentukan titik leburnya digunakan *melting point apparatus* dan uji kemurnian dilakukan dengan menggunakan KLT *scanner* dengan eluen yang merupakan campuran dua pelarut organik yang sesuai. Senyawa hasil sintesis diidentifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, IR dan <sup>1</sup>H-NMR.

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Optimasi waktu reaksi sintesis senyawa kalkon dari 4-bromoasetofenon dan vanilin dalam suasana basa dilakukan dengan tiga variasi waktu berbeda, 3 jam, 5 jam dan 7 jam. Data hasil reaksi dapat dilihat pada tabel 1.

**Tabel 1. Data hasil reaksi kondensasi antara 4-bromoasetofenon dan vanillin**

No.	Waktu reaksi	Warna	Wujud	Titik leleh
1.	3 jam	Merah-kecoklatan	Serbuk	>170°C
2.	5 jam	Merah-kecoklatan	Serbuk	>170°C
3.	7 jam	Merah-kehitaman	Serbuk	>170°C

Hasil sintesis selanjutnya di uji menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen kloroform-etilasetat 9:1. menghasilkan bercak noda yang tunggal dan tidak berekor. Hasil KLT ini dianalisis lebih lanjut menggunakan KLT *scanner* untuk mengetahui persentase kemurnian dan data Rf senyawa yang dianalisis. Hasil KLT Scanner menunjukkan kemurnian senyawa hasil sintesis 3 jam, 5 jam dan 7 jam berturut-turut sebagai berikut 79,14 ; 55 dan 64,7. Nilai Rf ketiga hasil sintesis berturut-turut adalah 0,74 ; 0,71 dan 0,71. Persen kemurnian dan nilai Rf yang ditunjukkan oleh ketiga hasil sintesis tersebut merupakan hasil yang cukup baik. Senyawa kalkon menunjukkan serapan khas pada daerah panjang gelombang 220-270 nm yang dikenal karena adanya sistem benzoil dan 340-390 nm karena adanya sistem sinamoil<sup>[13]</sup>. Hasil sintesis diuji menggunakan UV-Vis menunjukkan bahwa senyawa yang diperoleh merupakan senyawa turunan kalkon dengan adanya serapan pada daerah 220-270 nm untuk sistem benzoil dan 340-390 nm karena adanya sistem sinamoil yang disajikan dalam tabel 2.

**Tabel 2. Data hasil uji senyawa hasil menggunakan spektrofotometer UV-Vis**

No.	Waktu reaksi	$\lambda$	Sistem sinamoil/benzoil
1.	3 jam	373,00	Sinamoil
		259,20	Benzoil
2.	5 jam	370,8	Sinamoil
		260,60	Benzoil
3.	7 jam	370,60	Sinamoil
		258,20	Benzoil

Produk reaksi ini sebelum diuji menggunakan UV-Vis dan KLT Scanner terlebih dahulu direkristalisasi menggunakan pelarut etanol dan akuades dengan perbandingan 1 : 1.

Besarnya rendemen yang diperoleh untuk masing-masing waktu reaksi adalah sebagai berikut (tabel 3) :

**Tabel 3. Rendemen hasil reaksi kondensasi antara 4-bromoasetofenon dan vanilin.**

No.	Waktu reaksi	Berat (mg)	Rendemen (%)
1.	3 jam	80	1,901%
2.	5 jam	310	5,120%
3.	7 jam	276	5,362 %

Berdasarkan data pada tabel 3, maka waktu reaksi optimum antara ketiga variasi waktu yang digunakan adalah 7 jam dengan rendemen sebesar 5,362 %. Meskipun memberikan rendemen yang sangat rendah (1,901-5,362%) hal ini menunjukkan bahwa reaksi kondensasi Claisen Schmidt antara 4-bromoasetofenon dan vanilin dapat berlangsung dalam suasana basa. Analisis dengan spektrofotometer IR (Tabel 4) bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa hasil. Ketiga produk reaksi yang dihasilkan memiliki pergeseran yang hampir sama. karena memiliki gugus fungsi yang sama.

**Tabel 4. Perbandingan spektra inframerah kalkon tak tersubstitusi dengan kalkon hasil reaksi.**

Gugus fungsi	Kalkon tak tersubstitusi	Produk 3 jam	Produk 5 jam	Produk 7 jam
C=O keton	1666	1650,23	1645,02	1639,48
C=C aromatik	1515	1512,97	1516,64	1513,84
C=C vinil	1592	1584,10	1579,66	1586,77
O-H fenol	-	3394,31	3416,57	3428,64
C-H vinil/aromatik	3084	-	3016,57	-
Br	-	672,87	674,35	804,75

Waktu reaksi yang digunakan untuk sintesis senyawa kalkon dari 4-bromoasetofenon dan vanilin adalah 3, 5 dan 7 jam. Berdasarkan data pada tabel 3 terlihat adanya pengaruh waktu terhadap rendemen yang diperoleh dengan

meningkatnya rendemen dari waktu pengadukan 3 jam menuju ke 5 jam dan selanjutnya mengalami kenaikan sedikit pada jam ke 7. Hal ini terjadi karena senyawa target yang dihasilkan masih memiliki  $H\alpha$  sehingga masih dapat bereaksi lebih lanjut dengan vanilin. Selain itu juga dapat dimungkinkan telah terjadi reaksi kesetimbangan dan pada saat penambahan waktu menjadi 7 jam dapat terjadi reaksi balik yang menyebabkan rendemen senyawa yang diperoleh tidak terlalu signifikan peningkatannya seperti pada jam ke 3 menuju jam ke 5. Hal ini sesuai dengan penelitian Sri Handayani, *et al* (2005) pada sintesis flavonoid, yang menyatakan bahwa semakin lama waktu reaksi yang digunakan maka semakin banyak produk reaksi yang dihasilkan. Berdasarkan kemiripan ketiga senyawa dari hasil spektra IR, maka analisis dengan  $^1H$ -NMR hanya dilakukan untuk 1 sampel mewakili ketiga produk reaksi tersebut. Data spektrum  $^1H$ -NMR adalah sebagai berikut : 1,746 (3H, s,  $-CH_3$ ); 3,833 (1H, s,  $-OH$ ); 3,962 ppm (3H, s,  $-OCH_3$ ); 6,821 ppm (1H,d, $-CH_\beta$ ) 7,750 ppm (1H, d,  $-CH_\alpha$ ); 6,966 ppm (1H, d, Ar-H 2); 7,127 (1H,d) ppm dan 7,224 ppm (2H, dd) merupakan sinyal proton dari cincin aromatik B Ar-H 5 dan Ar-H 6. Sinyal pada daerah 7,883 (2H, d) ppm merupakan sinyal proton dari cincin aromatik pita A Ar-H 3' dan 5'ppm. Munculnya sinyal pada daerah

2,585 (28H) ppm, daerah 7,606 (20H) ppm dan daerah 7,811 (19H) ppm menyebabkan sulitnya memprediksi bentuk struktur senyawa yang sebenarnya karena adanya sinyal proton dengan jumlah H yang melampaui jumlah H senyawa target yang hanya memiliki H sebanyak 13.

## SIMPULAN DAN SARAN

### Simpulan

Hasil Penelitian menunjukkan bahwa sintesis senyawa kalkon dengan 4-bromoasetofenon dan vanilin dapat dilakukan menggunakan katalis basa waktu optimal reaksi kondensasi adalah 5 jam yang ditunjukkan dengan rendemen terbanyak. Adapun rendemen masing-masing variasi waktu pengadukan berturut-turut adalah 1,901% (3 jam); 5,120% (5 jam) dan 5,362% (7 jam).

### Saran

Hasil sintesis dalam suasana basa dengan menggunakan variasi waktu 3, 5 dan 7 jam merupakan senyawa turunan kalkon namun belum dapat ditentukan strukturnya secara pasti. Oleh karena itu, diperlukan karakterisasi lebih lanjut menggunakan  $^{13}\text{C}$ -NMR dan GC-MS untuk menentukan struktur yang sebenarnya.

## DAFTAR PUSTAKA

1. White, P.J., Xing, Y. (2006). Antioxidants from Cereals and Legumes dalam Foreidooon Shahidi: *Natural Antioxidants, Chemistry, Health Effect and Applications*. AOCS Press, Champaign, Illinois: 25-63.
2. Madhavi, D.L., Deshpande, S.S., Salunkhe D.K. (1985). *Food Antioxidant, Technological, Toxicological and Health Perspectives*. Marcel Dekker Inc., Hongkong: 16126.
3. Sreedhar, NY., Jayapal, M. R., Prasad, K.S., Prasad, P.R. (2010). Synthesis and Characterization of 4-hydroxy Chalcones using PEG-400 as a recyclable solvent. *Research journal of Pharmaceutical Biological and Chemical Sciences*.1 (4). 480-485.
4. Harborne, J. B., Padmawinata, K., Soediro, I. (1987). *Metode Fitokimia : Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan ; 2<sup>nd</sup> edition*. Bandung : ITB.
5. Utami, D. (2007). Sintesis senyawa kalkon dan turunannya serta uji antiproliferasi terhadap sel hela. *Skripsi*. Yogyakarta : UGM.
6. Suirta, I.W. (2013). Sintesis Senyawa Kalkon serta Uji Aktivitas sebagai Antioksidan. *Jurnal Kimia*. 10(1).75-80.
7. Mandge, S., Singh, H.P., Gupta S.D., and Moorthy N.S.H.N. (2007). Synthesis and Characterization of some Chalcone Derivates. *Trend Applied Sci. Res*. 2(1). 52-56.
8. Smith, M. B. and March, J. (2009). *March's Advanced Organic Chemistry : Reactions, Mechanism, and Structure*, Sixth Edition, John Wiley and Sons, New Jersey.
9. Faridz, M.B.U. (2009). *Solvent-Free Synthesis of Chalcone by Aldol Condensation Catalyzes By Solid*

- Sodium Hydroxide (NaOH).*  
Faculty of Applied Science  
University Technology Malaysia.
10. Suwito, H., Jumina, J., Mustofa, M., Kristanti, A. N., Puspaningsih, T., Nyoman, N. (2015). Chalcones: synthesis, structure diversity and pharmacological aspects. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*.6(5): 1078 -1088.
  11. Dermawan, R. Firdaus, Soekamto, N.H. (2015). Efektivitas Katalis Asam-Basa pada Sintesis *Trans*-1,3-difenil-2-propen-1-on melalui Reaksi Kondensasi Claisen Schmidt.<http://repository.unhas.ac.id/handle/123456789/16617>. Diakses pada 28 september 2016 pukul 19.03 WIB.
  12. Rotama, C. (2011). Reaksi Kondensasi antara 4-bromoasetofenon dan Vanilin.<http://eprints.uny.ac.id/16039/>. Diakses pada 21 agustus 2016 pukul 14:22 WIB.
  13. Markham, K. R. (1988). *Cara mengidentifikasi Flavonoid*. ITB : Bandung.
  14. Handayani, S., Sunarto, Kristianingrum, S. (2005). Optimization Of Time Reaction and Hydroxide Ion Concentration On Flavonoid Synthesis From Benzaldehyde and Its Derivatives. *Indo. J. Chem.* 5 (2) : 163.