

PENGARUH WAKTU PENGADUKAN TERHADAP SINTESIS SENYAWA KALKON MELALUI REAKSI KONDENSASI CLAISEN-SCHMIDT

Istiana¹, Udrika Lailatul Qodri¹, Sri Nur Atiqah¹

^{1,2,3}Departemen Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Ibrahimy Situbondo

Corresponding author: srinuratiqah@ibrahimiy.ac.id

Info Artikel

Riwayat Artikel :

Diterima 08 21, 2024

Direvisi 11 09, 2024

Terbit 11 29, 2024

Keywords:

Chalcone Compound

Mixing Time

Synthesis

ABSTRACT

The chalcone compound is a secondary metabolite compound of the flavonoid group which functions as an antibacterial. The aim of this research is to optimize the stirring time in the synthesis of chalcone compounds. The method for synthesizing the chalcone compound with variations of 3 hours, 5 hours and 7 hours of stirring is carried out in three stages. The first stage is making the NaOH base catalyst. The second stage is mixing acetophenone with NaOH solution to produce nucleophilic enolate ions. The third stage is mixing the enolate ion with benzaldehyde. The characterization results show that each of the chalcone compounds synthesized with variations in stirring times is generally produced in the form of crystals with pale yellow, lemon yellow and chrome yellow, melting point 50-51oC, very soluble in chloroform and dichloromethane, slightly soluble in ethanol and practically insoluble in distilled water. The TLC results showed that the R_f value of the synthesized chalcone compound was different from the R_f value of the starting material. The results of UV-Vis spectrophotometry showed that there was maximum absorption of benzoyl and cinnamoyl compounds, which are typical compounds of chalcone. The FTIR spectrum shows the functional groups =C-H (Alkene), C-H (Aromatic), C=C (Aromatic), C=C (Alkene), and C-H (Aromatic). The synthesis results show that the most optimal mixing time is 7 hours with a yield percentage of 95.112%. The results of data analysis using the one way ANOVA test showed that H₀ was rejected and H₁ was accepted, meaning that there was an influence of stirring time on the percentage of the chalcone compound resulting from the synthesis.

Journal of Agropharmacy is licensed under [Creative Commons Attribution-ShareAlike 4.0 International](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

Email Koresponden Penulis: srinuratiqah@ibrahimiy.ac.id

1. PENDAHULUAN

Kalkon merupakan salah satu metabolit sekunder golongan flavonoid yang dapat ditemukan secara alami dalam beberapa tumbuhan (Dona et al., 2015). Senyawa kalkon mempunyai gugus etilen keto reaktif yang memegang peranan penting dalam menghasilkan aktivitas biologis yang beragam (Suirta, 2016). Beberapa aktivitas biologis senyawa kalkon dan turunannya antara lain, antimikroba, antifungi, antikanker, antitumor, antiinflamasi, antimalaria, antioksidan, antidepresan (Perdana et al., 2015), dan analgesik (Oktaviani et al., 2019). Pada penelitian Sepvianti dkk (2022) menyatakan bahwa senyawa kalkon memiliki aktivitas penghambatan kuat pada bakteri gram negatif *Escherichia coli* dengan persentase sebesar 81,30%, sedangkan pada bakteri gram positif aktivitas penghambatan cukup kuat terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* dengan persentase sebesar 64%.

Senyawa kalkon umumnya diperoleh dari isolasi bahan alam pada tumbuhan yang membutuhkan waktu yang lama (Theodora et al., 2019). Namun, tumbuhan memiliki berbagai macam senyawa didalamnya sehingga akan sangat sulit mendapatkan senyawa tunggal yang diinginkan dalam proses isolasi tersebut. Selain itu, penyebaran senyawa kalkon di alam sangat terbatas dan hanya dapat ditemukan pada beberapa golongan tumbuhan dengan jumlah persentase hasil yang relatif kecil karena senyawa ini termasuk dalam kategori minor flavonoid serta dapat dirusak oleh enzim kalkon sintase (CSH) yang dapat mengubah senyawa kalkon menjadi flavanon sehingga proses isolasi sangat sulit dilakukan pada senyawa kalkon tersebut. Oleh karena itu, sintesis dapat dijadikan sebagai alternatif untuk mendapatkan senyawa tunggal kalkon dengan jumlah persentase hasil yang lebih besar, waktu yang relatif cepat dan untuk menghindari kerusakan senyawa yang diakibatkan oleh enzim kalkon sintase (CSH) tersebut (Suirta, 2016).

Asetofenon atau turunannya (keton aromatik) dengan benzaldehid atau turunannya (aldehid aromatik) adalah bahan dasar yang umum dalam sintesis senyawa kalkon dengan menggunakan katalis asam maupun basa. Sintesis senyawa kalkon umumnya dilakukan melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt, karena reaksinya berlangsung secara sederhana dengan jalur yang singkat, relatif mudah dan juga ramah lingkungan (Rehana et al., 2019). Reaksi kima dapat berlangsung pada tingkat yang berbeda baik secara cepat maupun lambat tergantung dari kondisi reaksinya.

Suatu reaksi kimia terjadi karena adanya pergerakan antar molekul sehingga molekul-molekul akan saling bertumbukan dengan laju setiap reaksi tergantung dari jumlah tumbukan tiap satuan waktu. Semakin lama waktu reaksi maka semakin banyak jumlah tumbukan antar molekul yang dihasilkan sehingga akan semakin cepat reaksi yang berlangsung. Oleh karena itu, waktu reaksi akan berpengaruh terhadap persentase hasil senyawa hasil sintesis tergantung dari jumlah tumbukan yang dihasilkan dalam suatu reaksi (Haryono, 2019).

Variasi lama waktu reaksi dalam proses sintesis dapat berpengaruh terhadap jumlah persentase hasil yang dihasilkan (Rehana et al., 2019). Ikhtiarudin et al (2014) telah melakukan sintesis senyawa turunan kalkon dengan waktu pengadukan selama 8-12 jam dan menghasilkan jumlah persentase hasil sebesar 56-80%. Sedangkan Sepvianti et al (2022) telah melakukan sintesis senyawa kalkon dengan waktu pengadukan selama 6 jam diperoleh jumlah persentase hasil sebesar 96,15%. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kalkon dengan variasi waktu pengadukan melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt untuk mengetahui waktu pengadukan yang paling optimal dan kemurnian senyawa hasil sintesis.

2. METODE

2.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain benzaldehid (p.a), asetofenon (Merck®), NaOH (Merck®), etanol 96% (Merck®), akuades, kloroform (Merck®), aseton (Merck®), diklorometana (Merck®) dan etil asetat (Merck®).

2.2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain timbangan analiti (OHAUS®) hot plate (Thermo Scientific), spektrofotometer UV-Vis (Thermo), dan FTIR (Agilent Technology)

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Sintesis Senyawa Kalkon

Katalis basa dibuat dengan menggerus 2 gram NaOH dan dilarutkan dalam 10 mL etanol 96%. 12 mL (0,1 mol) asetofenon dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan 10 mL etanol 96% sambil diaduk dengan kecepatan 100 rpm. Kemudian ditambahkan larutan NaOH tetes demi tetes sambil terus diaduk. Selanjutnya dimasukkan 12 mL (0,1 mol) benzaldehid secara bertahap ke dalam campuran sambil terus diaduk. Proses pencampuran dilakukan dengan berbagai variasi waktu pengadukan yaitu 3 jam, 5 jam, dan 7 jam. Campuran diletakkan di dalam penangas es, kemudian tambahkan 10 mL HCl 2 M dan diamati sampai terbentuk kristal. Kristal yang didapat disaring dengan corong Buchner. Kemudian kristal dimurnikan dengan cara rekristalisasi menggunakan etanol:akuades (1:1). Kemudian kristal yang telah dimurnikan diletakkan di dalam penangas es sampai terbentuk kristal. Selanjutnya campuran disaring kembali dengan corong Buchner dan kristal yang terbentuk dicuci dengan akuades (Suirta, 2016).

2.3.2 Karakterisasi Senyawa Kalkon Hasil Sintesis

A. Uji Organoleptik

Senyawa kalkon hasil sintesis masing-masing diamati warna dan bentuk secara visual dengan cara dibuat formulir uji organoleptik menggunakan 30 responden. Pada formulir di tampilkan beberapa warna berdasarkan standar warna dengan nomor kode warna yang berbeda, kemudian responden memilih nomor kode warna sesuai dengan warna yang diamati pada senyawa kalkon hasil sintesis.

B. Uji Kelarutan

Kristal senyawa kalkon hasil sintesis sebanyak 100 mg dilarutkan dengan akuades berdasarkan jumlah bagian pelarut, bila perlu digojog dan diamati kelarutannya. Ulangi prosedur yang sama menggunakan pelarut lain yaitu etanol, kloroform, dan diklorometana. Jumlah pelarut yang ditambahkan berdasarkan bagian pelarut yang dibutuhkan per bagian zat terlarut sesuai dengan kriteria kelarutan menurut USP yang dapat dilihat pada tabel 1 (Apsari dkk, 2020).

Tabel 1. Kriteria Kelarutan Menurut USP

Deskripsi	Bagian Pelarut yang Dibutuhkan Per Bagian Zat Terlarut
Sangat Larut	< 1
Mudah Larut	1-10
Larut	10-30
Agak Sukar Larut	30-100
Sukar Larut	100-1000
Sangat Sukar Larut	1000-10000
Praktis Tidak Larut	>10000

C. Uji Titik Leleh

Senyawa kalkon hasil sintesis masing-masing dimasukkan kedalam pipa kapiler pada ujung yang terbuka sampai setinggi 2,5-3 mm. Selanjutnya, pipa kapiler berisi sampel dimasukkan ke dalam melting point tester. Alat diatur supaya suhu naik secara perlahan-lahan, kemudian diamati titik leleh sampel dengan cara temperatur dicatat pada saat senyawa mengalami perubahan wujud dari serbuk menjadi cair mulai meleleh sampai meleleh sempurna. Suatu senyawa yang cukup murni harus memiliki rentang jarak lebur 1-2°C.

D. Analisis Kalkon menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Senyawa kalkon hasil sintesis sebanyak 10 mg dilarutkan dalam kloroform sebanyak 10 mL (1000 ppm), kemudian diencerkan larutan 1000 ppm menjadi 5 ppm dengan cara dipipet larutan 1000 ppm sebanyak 50 µL dan tambahkan kloroform sampai 10 mL. Selanjutnya masing-masing sampel senyawa kalkon hasil sintesis dimasukkan ke dalam spektrofotometri UV-Vis dan dilakukan scanning panjang gelombang pada daerah 220-390 nm.

E. Analisis Kalkon menggunakan FTIR

Alat FTIR dibersihkan menggunakan larutan etanol. Senyawa kalkon hasil sintesis sebanyak kurang lebih 0,5-1 mg diletakkan pada alat, kemudian putar alat sampai berbunyi "klik". Selanjutnya klik start pada alat sehingga cahaya inframerah dari sumber akan dilewatkan melalui cuplikan, kemudian dipecah menjadi frekuensi-frekuensi individunya dalam interferometer. Intensitas relatif individu dideteksi oleh detektor, kemudian diukur serapan inframerah pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹ dan amati spektrum inframerah yang dihasilkan.

2.4 Analisis Data

Data kuantitatif yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan SPSS (Statistical Product and Service Solution) melalui uji Jarque Bera untuk menentukan distribusi normalitas data dan uji Levene Statistic untuk homogenitas data apabila data normal ($p > 0,05$), kemudian dilanjutkan dengan uji Oneway Anova apabila diperoleh data yang terdistribusi normal dan homogen. Selanjutnya dilanjutkan dengan uji lanjut Tukey dengan taraf kepercayaan yang digunakan 95%. Data kualitatif yang diperoleh dianalisis nilai skoring dengan uji non parametrik.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis Senyawa Kalkon

Pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa kalkon yang diperoleh dengan mereaksikan senyawa aldehyd (asetofenon) dengan senyawa keton (benzaldehyd) menggunakan katalis basa NaOH. Penggunaan katalis bertujuan untuk mempercepat reaksi pembentukan senyawa kalkon agar kesetimbangan dapat tercapai dalam waktu yang lebih cepat. Hal ini dikarenakan dalam suatu reaksi kimia akan terjadi pengurangan laju reaksi dan konsentrasi pereaksi (Jaya dkk, 2019).

Pembuatan katalis basa dilakukan dengan cara melarutkan NaOH dalam etanol. Hal ini akan menyebabkan terjadinya reaksi pembentukan $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{ONa}$ yang terpolarkan sehingga pada keadaan terionkan reaksi pembentukan senyawa kalkon akan menjadi lebih cepat dan menghasilkan produk kalkon yang lebih tinggi. Katalis NaOH dalam keadaan terionkan berfungsi untuk pembentukan ion enolat dengan cara menyerang $\text{H}\alpha$ dari asetofenon. Kemudian terjadi adisi nukleofilik terhadap benzaldehyd yaitu ion enolat akan menyerang C karbonil dari benzaldehyd sehingga terjadi kondensasi antara senyawa asetofenon dengan benzaldehyd menghasilkan β -hidroksiketon. Selanjutnya β -hidroksiketon mengalami dehidrasi membentuk senyawa kalkon.

Sintesis senyawa kalkon dilakukan melalui reaksi kondensasi Claisen-Schmidt. Reaksi kondensasi ini dilakukan dengan variasi waktu pengadukan (3 jam, 5 jam dan 7 jam) untuk mengetahui waktu pengadukan yang paling optimal dalam sintesis senyawa kalkon. Pada masing-masing waktu pengadukan tersebut dilakukan replikasi sebanyak 3 kali. Hal ini bertujuan untuk

meningkatkan keakuratan hasil penelitian pada analisis secara kualitatif maupun kuantitatif. Senyawa kalkon hasil sintesis yang terbentuk perlu dilakukan karakterisasi senyawa untuk mengetahui kemurnian senyawa kalkon hasil sintesis. Adapun karakterisasi senyawa yang dilakukan antara lain, uji organoleptik, uji kelarutan, uji titik leleh, dan analisis senyawa kalkon menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), Spektrofotometri UV-Vis, dan Fourier Transform Infra Red (FTIR).

Optimasi waktu pengadukan dapat diketahui dengan membandingkan persentase hasil yang diperoleh pada masing-masing waktu pengadukan. Adapun rata-rata persentase hasil senyawa kalkon waktu pengadukan 3 jam, 5 jam dan 7 jam dengan 3 kali replikasi berturut-turut sebesar 71,245%; 81,946%; dan 95,112%. Hasil persentase hasil dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil Persen Yield

No.	Waktu Pengadukan	Persentase Hasil (%) \pm SD
1.	3 Jam	71,25 \pm 9,10 ^a
2.	5 Jam	81,95 \pm 1,20 ^{ab}
3.	7 Jam	95,11 \pm 1,01 ^b

Keterangan :

- n = 3
- (^{a,b,c}) berbeda nyata terhadap kelompok lain ($p < 0,1$)

Berdasarkan tabel 2 dapat dilihat bahwa persentase hasil terendah yaitu waktu pengadukan 3 jam, sedangkan persentase hasil tertinggi yaitu waktu pengadukan 7 jam. Hasil persentase hasil menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan maka akan semakin tinggi persentase hasil yang didapatkan. Hal ini dikarenakan pada suatu sintesis senyawa akan terjadi reaksi yang didalamnya terdapat proses tumbukan antar molekul untuk membentuk produk yang diinginkan. Tumbukan ini dipengaruhi oleh waktu reaksi, semakin lama waktu reaksi maka akan semakin banyak tumbukan antar molekul untuk menghasilkan senyawa kalkon sehingga akan semakin banyak pula jumlah senyawa kalkon hasil sintesis yang terbentuk.

3.2 Uji Organoleptik

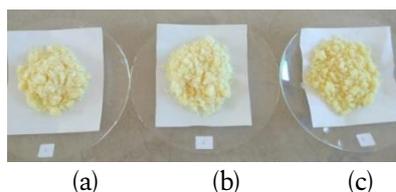
Menurut Rammohan dkk (2020) menyatakan bahwa senyawa kalkon umumnya berbentuk kristal dengan warna kuning, jingga, ataupun coklat. Pada penelitian ini dilakukan uji organoleptik dengan formulir menggunakan responden sebanyak 30 untuk melihat bentuk dan warna sesuai dengan standar warna. Hasil uji organoleptik menggunakan formulir didapatkan nilai warna senyawa kalkon hasil sintesis dengan waktu pengadukan 3 jam, 5 jam, dan 7 jam dengan 3 kali replikasi berturut-turut antara lain, 13, 10 dan 8, dengan bentuk yang sama yaitu berbentuk kristal. Warna dari produk kalkon berdasarkan hasil nilai pada pengujian organoleptik menggunakan responden dengan waktu pengadukan 3 jam, 5 jam, dan 7 jam berturut-turut antara lain kuning pucat, kuning lemon dan kuning krom. Berdasarkan hasil uji organoleptik menunjukkan bahwa senyawa kalkon hasil sintesis dengan berbagai variasi waktu pengadukan telah sesuai dengan literatur. Hasil uji organoleptik dapat dilihat pada tabel 3

Tabel 3. Hasil Uji Organoleptik

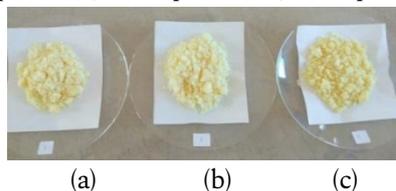
No.	Waktu Pengadukan	Nilai Warna \pm SD	Warna	Bentuk
1.	3 Jam	13 \pm 1,38 ^a	Kuning Pucat	Kristal
2.	5 Jam	10 \pm 4,35 ^a	Kuning Lemon	Kristal
3.	7 Jam	8 \pm 5,56 ^b	Kuning Krom	Kristal

Keterangan :

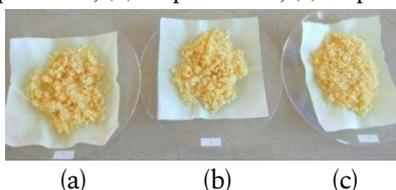
- n = 3
- (^{a,b,c}) berbeda nyata terhadap kelompok lain ($p < 0,1$)



Gambar 1. Hasil Uji Organoleptik dengan Waktu Pengadukan 3 Jam
(a) Replikasi I, (b) Replikasi II, (c) Replikasi III



Gambar 2. Hasil Uji Organoleptik dengan Waktu Pengadukan 5 Jam
(a) Replikasi I, (b) Replikasi II, (c) Replikasi III



Gambar 3. Hasil Uji Organoleptik dengan Waktu Pengadukan 7 Jam
(a) Replikasi I, (b) Replikasi II, (c) Replikasi III

3.3 Uji Kelarutan

Menurut Rammohan dkk (2020) menyatakan bahwa senyawa kalkon sangat larut dalam diklorometana dan kloroform, kurang larut dalam etanol, dan tidak larut dalam aquadest. Hasil uji kelarutan dengan perbandingan jumlah bagian pelarut pada senyawa kalkon hasil sintesis 3 jam, 5 jam, dan 7 jam dengan masing-masing waktu pengadukan 3 kali replikasi memiliki kelarutan yang sama yaitu sangat larut dalam diklorometana dan kloroform, agak sukar larut dalam etanol, dan praktis tidak larut dalam aquadest. Perbedaan kelarutan pada masing-masing pelarut disebabkan oleh adanya perbedaan indeks polaritas pelarut yang digunakan dalam uji kelarutan tersebut. Semakin tinggi indeks polaritas maka akan semakin polar suatu pelarut. Adapun indeks polaritas masing-masing pelarut antara lain, diklorometana 3,1; kloroform 4,1; etanol 5,2; dan aquadest 10,2. Berdasarkan hasil uji kelarutan menunjukkan bahwa senyawa kalkon hasil sintesis dengan berbagai variasi waktu pengadukan telah sesuai dengan literatur. Hasil uji kelarutan dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil Uji Kelarutan

No.	Waktu Pengadukan	Kelarutan ($\mu\text{g/mL}$)			
		Diklorometana (Sangat Larut)	Kloroform (Sangat Larut)	Etanol (Agak Sukar Larut)	Aquadest (Praktis Tidak Larut)
1.	3 Jam	0,9	0,9	3,5	1100
2.	5 Jam	0,9	0,9	3,5	1100
3.	7 Jam	0,9	0,9	3,5	1100

3.4 Uji Titik Leleh

Menurut penelitian Hadanu (2018) menyatakan bahwa senyawa kalkon hasil sintesis mempunyai titik leleh sebesar 49-50°C dan kebenaran struktur produk hasil sintesis telah terbukti dengan pengujian menggunakan spektroskopi IR, spektroskopi H-NMR dan GC-MS. Sedangkan pada penelitian Suzana dkk (2014) menyatakan bahwa senyawa kalkon hasil sintesis mempunyai titik leleh 51°C dan kebenaran struktur produk hasil sintesis telah terbukti dengan pengujian menggunakan spektrofotometri UV-Vis, spektroskopi H-NMR dan FTIR. Hasil uji titik leleh senyawa kalkon hasil

sintesis 3 jam, 5 jam, dan 7 jam dengan masing-masing waktu pengadukan berturut-turut yaitu 51,8°C; 50,83°C; dan 51,17°C. Berdasarkan hasil uji titik leleh menunjukkan bahwa titik leleh senyawa kalkon hasil sintesis telah sesuai dengan literatur. Hasil uji titik leleh senyawa kalkon hasil sintesis dapat dilihat pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil Uji Titik Leleh

No.	Waktu Pengadukan	Titik Leleh (°C) ± SD
1.	3 Jam	51,8 ± 0,1 ^a
2.	5 Jam	50,83 ± 0,38 ^{ab}
3.	7 Jam	51,17 ± 0,35 ^b

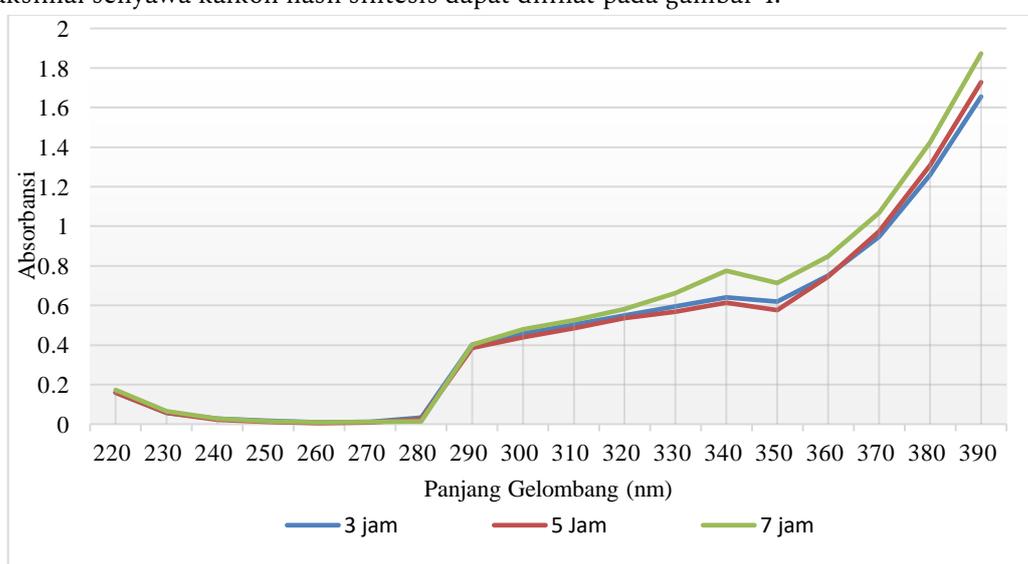
Keterangan :

- n = 3

- (^{a,b}) berbeda nyata terhadap kelompok lain (p<0,1)

3.5 Analisis Kalkon menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Menurut Wunga dkk (2017) dan Rammohan dkk (2020) senyawa kalkon mempunyai serapan khas maksimum pada daerah panjang gelombang 20-270 nm yang menunjukkan adanya senyawa benzoil, sedangkan pada daerah panjang gelombang 340-390 nm menunjukkan adanya senyawa sinamoil. Hasil analisis panjang gelombang maksimal menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada senyawa kalkon hasil sintesis 3 jam, 5 jam, dan 7 jam dengan masing-masing waktu pengadukan 3 kali replikasi memiliki panjang gelombang yang sama yaitu serapan maksimum pada panjang gelombang 220 nm yang menunjukkan adanya serapan khas dari senyawa benzoil dan serapan maksimum pada panjang gelombang 370 nm, 380 nm, dan 390 nm yang menunjukkan serapan khas dari senyawa sinamoil. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan bahwa senyawa kalkon hasil sintesis memiliki panjang gelombang maksimal yang sesuai dengan literatur. Hasil scanning panjang gelombang maksimal senyawa kalkon hasil sintesis dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Hasil Scanning Spektrofotometer UV-Vis

3.6 Analisis Kalkon menggunakan Kromatografi Lapis Tipis

Kesempurnaan suatu reaksi dapat dilihat dari nilai R_f yang didapatkan dari uji KLT, apabila nilai R_f sampel berbeda dengan nilai R_f starting material (bahan dasar) maka hal tersebut menunjukkan bahwa starting awal telah bereaksi sempurna membentuk produk sintesis. Hasil uji KLT senyawa kalkon hasil sintesis dengan waktu pengadukan 3 jam, 5 jam, dan 7 jam telah sesuai dengan literatur

karena nilai Rf berbeda dengan nilai Rf starting material (bahan dasar). Hasil uji KLT dapat dilihat pada tabel 6.

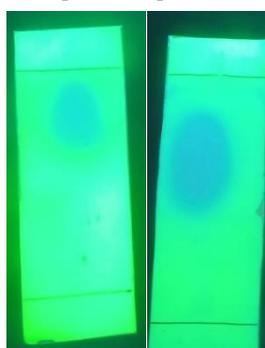
Tabel 6. Hasil Uji Kromatografi Lapis Tipis

No.	Sampel	Waktu Pengadukan	Nilai Rf ± SD
1.	Asetofenon	-	0,82
2.	Benzaldehid	-	0,8
3.	Senyawa Kalkon Hasil Sintesis	3 Jam	0,59 ± 0,06 ^a
		5 Jam	0,64 ± 0,09 ^{ab}
		7 Jam	0,60 ± 0,02 ^b

Keterangan :

- n = 3

- (^{a,b}) berbeda nyata terhadap kelompok lain (p<0,1)

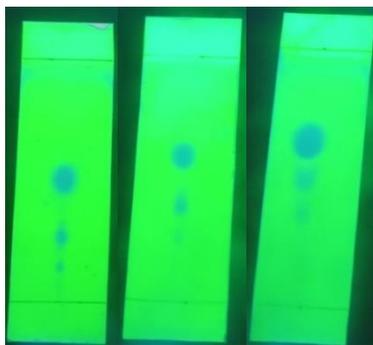


(a)

(b)

Keterangan: (a) Asetofenon, (b) Benzaldehid

Gambar 5. Hasil Uji Kromatografi Lapis Tipis *Starting Material*



(a)

(b)

(c)

Keterangan: (a) Waktu Pengadukan 3 Jam, (b) Waktu Pengadukan 5 Jam,

(c) Waktu Pengadukan 7 Jam

Gambar 6. Hasil Uji Kromatografi Lapis Tipis Sampel

3.7 Analisis Kalkon menggunakan FTIR

Analisis menggunakan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada produk senyawa hasil sintesis. Brahmana (2015) menyatakan bahwa senyawa kalkon hasil sintesis memiliki serapan khas pada rentang bilangan gelombang 1560-1590 cm^{-1} . Pada penelitian Sepvianti dkk (2022) menyatakan serapan khas yang dimiliki senyawa kalkon hasil sintesis dari senyawa asetofenon dengan benzaldehid diantaranya melalui ikatan gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) keton posisi terkonjugasi dengan cincin aromatis dan olefin pada bilangan gelombang 1674 cm^{-1} dan serapan medium khas gugus $\text{C}=\text{C}$ pada bilangan gelombang 1597 cm^{-1} . Pada struktur asetofenon maupun benzaldehid sebagai bahan dasar pembuatan kalkon tidak terdapat gugus $-\text{C}-\text{H}$ trans, sehingga serapan khas yang dapat menjadi penegas bahwa senyawa kalkon telah berhasil disintesis adalah serapan $-\text{C}-\text{H}$ trans (alkena) pada bilangan gelombang 3040-3010 cm^{-1} , (Nandiyanto dkk, 2019).

Berdasarkan spektrum FTIR senyawa hasil sintesis telah menunjukkan kemiripan spektrum pada sintesis kalkon dengan waktu pengadukan 3 jam, 5 jam dan 7 jam. Selain itu, pada variasi waktu pengadukan gugus fungsi yang terdeteksi mempunyai kesamaan yaitu terdapat gugus fungsi $-\text{C}-\text{H}$ (Alkena), $\text{C}-\text{H}$ (Aromatik), $\text{C}=\text{C}$ (Aromatik), $\text{C}=\text{C}$ (Alkena), $\text{C}-\text{H}$ trans atau cis dan $\text{C}-\text{H}$ (Aromatik). Adapun serapan yang menjadi penegas terbentuknya senyawa kalkon ialah adanya serapan gugus $-\text{C}-\text{H}$ trans terlihat pada semua produk sintesis dengan waktu pengadukan 3 jam, 5 jam dan 7 jam, artinya senyawa kalkon telah berhasil disintesis pada variasi waktu pengadukan tersebut. Hasil analisis senyawa kalkon menggunakan FTIR dapat dilihat pada tabel 7.

Tabel 7. Hasil *Fourier Transform Infra Red*

No.	Waktu Pengadukan	Bilangan Gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsi	Vibrasi
1.	3 Jam	685,8; 687,7; 743,6; 788,3; 862,9; 890,8; 935,6; 976,6; 995,2	$-\text{C}-\text{H}$ (Alkena)	<i>Stretch</i>
		685,8; 687,7; 743,6; 788,3; 862,9; 890,8	$\text{C}-\text{H}$ (Aromatik)	<i>Bend</i>
		1446,2; 1448,1; 1507,7; 1509,6; 1541,3; 1574,8; 1600,9; 1602,8	$\text{C}=\text{C}$ (Aromatik)	<i>Stretch</i>
		1660,5	$\text{C}=\text{C}$ (Alkena)	<i>Stretch</i>
		3002,4	$\text{C}-\text{H}$ Trans	<i>Stretch</i>
		3060,1; 3062,0	$\text{C}-\text{H}$ (Aromatik)	<i>Stretch</i>
2.	5 Jam	685,8; 743,6; 788,3; 862,9; 890,8; 976,6; 995,2	$-\text{C}-\text{H}$ (Alkena)	<i>Stretch</i>
		685,8; 743,6; 788,3; 862,9; 890,8	$\text{C}-\text{H}$ (Aromatik)	<i>Bend</i>
		1446,2; 1448,1; 1507,7; 1509,6; 1574,8; 1600,9; 1602,8	$\text{C}=\text{C}$ (Aromatik)	<i>Stretch</i>
		1660,5	$\text{C}=\text{C}$ (Alkena)	<i>Stretch</i>
		3002,4; 3028,5	$\text{C}-\text{H}$ Trans	<i>Stretch</i>
		3060,1; 3062,0	$\text{C}-\text{H}$ (Aromatik)	<i>Stretch</i>
3.		685,8; 743,6; 788,3; 862,9; 890,8; 926,2; 972,8; 976,6; 989,6; 995,2	$-\text{C}-\text{H}$ (Alkena)	<i>Stretch</i>
		685,8; 743,6; 788,3; 862,9; 890,8	$\text{C}-\text{H}$ (Aromatik)	<i>Bend</i>

7 Jam	1448,1; 1507,7; 1509,6; 1574,8; 1602,8	C=C (Aromatik)	<i>Stretch</i>
	1660,5	C=C (Alkena)	<i>Stretch</i>
	3004,2; 3026,6; 3028,5	C-H Trans	<i>Stretch</i>
	3054,6; 3084,4; 3062,0	C-H (Aromatik)	<i>Stretch</i>

4. KESIMPULAN

Sintesis senyawa kalkon telah berhasil dilakukan dilihat dari hasil karakterisasi produk kalkon. Adapun karakterisasi produk kalkon yaitu, uji organoleptik, uji kelarutan, uji titik leleh, uji KLT. Hasil karakterisasi produk kalkon yang didapatkan pada setiap variasi waktu pengadukan memiliki kemiripan dengan sifat khas senyawa kalkon. Hasil analisis data menggunakan uji one way anova menunjukkan bahwa H_0 ditolak dan H_1 diterima artinya terdapat pengaruh waktu pengadukan terhadap persentase hasil senyawa kalkon hasil sintesis.

Senyawa kalkon hasil sintesis dengan variasi waktu pengadukan menghasilkan persentase hasil yang berbeda-beda. Rata-rata persentase hasil senyawa kalkon waktu pengadukan 3 jam, 5 jam dan 7 jam dengan 3 kali replikasi berturut-turut sebesar 71,245%; 81,946%; dan 95,112%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu pengadukan maka akan semakin semakin tinggi persentase hasil yang didapatkan.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Aprianto, D., Balatif, N., dan Zamri, A. 2015. Sintesis dan Uji Toksisitas Senyawa Analog Kalkon 3'-Metoksiasetofenon dengan 2-Hidroksibenzaldehid. *Jurnal Photon*. 6(1): 31-34.
- Apsari, K., dan Chaerunisa, Y., A. 2020. Review Jurnal : Upaya Peningkatan Kelarutan Obat. *Jurnal Farmaka*. 18(2): 56-67.
- Ariyadi. 2018. Al-Qur'an Views Relating to Environmental Conservation. *Jurnal Daun*. 5(1): 1-9.
- Brahmana, E., M. 2015. Sintesis Senyawa Kalkon (E)-1-(4-Klorofenil)-3-P-Tolilprop-2-En-1-On dan Uji Toksisitasnya. Seminar Nasional Pendidikan Biologi dan Saintek.
- Burmaoglu, S., Algul, O., Anil, A., D., Gobek, A., Duran, G., G., Ersan, H., R., dan Duran, N. Synthesis and Anti-proliferative Activity of Fluoro-substituted Chalcones. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters Journal*. 1-5.
- Cole, L., A., Hossain, S., Cole, M., A., dan Phanstiel, O. 2016. Synthesis and bioevaluation of substituted chalcones, coumaranones and other flavonoids as anti-HIV agents. *Bioorg Med Chem*. 24(12): 68-76.
- Dachriyanus. 2014. Analisis Struktur Senyawa Organik secara Spektroskopi. Padang : Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi.

- Dona, R., Zamri, A., dan Jasril. 2015. Sintesis dan Uji Toksisitas Senyawa Analog Kalkon Tersubstitusi Metoksi. *Jurnal Photon*. 5(2): 9-14.
- Elkanzi, N., A., A., Hrichi, H, Alolayan, R., A., Derafa, W., Zahou., F., M., and Bakr, R., B. 2022. Synthesis Of Chalcones Derivatives And Their Biological Activities: A Review. *America : ACS Omega*. 2nd August.
- Fauzi'ah, L., dan Wahyuningsih, T., D. 2016. Synthesis Of Chalcones Substituted With Nitro And Hydroxyl Group In Alkaline Medium. *Jurnal Ilmu-Ilmu MIPA*. Volume 7, Nomor 1: 103-114.
- Fessenden, R., J., dan Fessenden, J., S. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, R., J., dan Fessenden, J., S. 1991. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Hadanu, R. 2018. Sintesis Senyawa T-Kalkon Bahan Dasar Senyawa Tabir Surya. *Jurnal MJoCE*. Volume 8, Nomor 1: 36-41.
- Hanani, E. 2015. *Analisis Fitokimia*. Jakarta : EGC.
- Harmita. 2014. *Analisis Fisikokimia Potensiometri & Spektroskopi*. Jakarta: EGC.
- Haryono, E., H. 2019. *Kimia Dasar*. Sleman: CV. Budi Utama.
- Husna, F. dan Mita, S.R. 2020, Identifikasi Bahan Kimia Obat Tradisional Stamina Pria dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis. *Jurnal Farmaka*, 18(2): 16-25.
- Ibrahim, S., T., Moustafa, H., A., Almalki, J., A., Allam, M., R., Althagafi, A., Shadab, M., dan Mohamed, A., F., M. 2021. Novel chalcone/aryl carboximidamide hybrids as potent anti-inflammatory via inhibition of prostaglandin E2 and inducible NO synthase activities: design, synthesis, molecular docking studies and ADMET prediction. *J Enzyme Inhib Med Chem*. 36(1): 1067-1078.
- Ikhtiarudin, I., Lelani, Zamri, A., Teruna, H., Y., dan Yuharmen. 2014. Sintesis Dan Uji Toksisitas Senyawa Analog Kalkon Turunan 2'-Hidroksiasetofenon Dan Halobenzaldehid. *Jurnal Photon*. Volume 5, Nomor 1: 57-63.
- Jaya, J., M., Hunga, A., Y., M., Nikmah, S., S., dan Susanti, M., M. 2019. Sintesis Senyawa Etil Laurat menggunakan Variasi Volume Katalis Asam Sulfat Pekat. *Jurnal Labora Medika*. 3(1): 1-9.
- Kurniawan, R. 2019. Urgensi Bekerja Dalam Alquran. *Jurnal Transformatif*. 3(1): 42-67.

- Liu, Y., Z., Wang, X., Y., dan Jiang, L., C. 2017. Inflammation: The Common Pathway of Stress-Related Diseases. *Front Hum Neurosci.* 11: 316.
- Mohrig, R., J., Hammond, N., C., Schatz, F., P. 2010. *Techniques in Organic Chemistry Third Edition.* America: W, H, Freeman and Company.
- Nandiyanto, D., B., A., Oktiani, R., dan Ragadhita, R. 2019. How to Read and Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material. *Indonesian Journal of Science & Technology.* 4(1): 97-118.
- Ngili, Y. 2019. *Struktur Kimia Biomolekul.* Banun: Rekayasa Sains.
- Oktaviani, R., Arifian, H., Ramadani, A., Zamruddin, M., N., dan Rusli, R. 2019. Kajian In Silico Senyawa Turunan Kalkon Sebagai Antikanker. *Proceeding of the 9th Mulawarman Pharmaceuticals Conferences.* Samarinda: 23-24 Maret 2019.
- Prabawati, S., Y., Khusnuryani, A., dan Khamidinal. 2017. Sintesis Senyawa Kalkon Bebas Pelarut sebagai Zat Antibakteri. *Volume 13(1): 95-102.*
- Perdana, F., Eryanti, Y., and Zamri, A., 2015. Synthesis and Toxicity Assessments Some Paramethoxy Chalcones Derivatives. *Procedia Chemistry,* 16: 129-133.
- Rahayu, A., dan Tjitraresmi, A. 2017. Aktivitas Farmakologi dari Senyawa Kalkon dan Derivatnya. *Jurnal Farmaka.* 15(1): 1-14.
- Rahmawati, R., dan Sofia, B., F., D. 2022. Katalis Heterogen Allumina Pada Sintesis Kalkon dari Vanilin. *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia.* 4(1): 79-85.
- Rammohan, A., Reddy, S., J., Sravya, G., Rao, N., C., Zyryanov, V., G. 2020. Chalcone synthesis, properties and medicinal applications: a review. *Research Gate.*
- Rehana, Fareza, M., S., dan Wulandari, M. 2019. Sintesis 3,4,4'-Trimetoksikalkon dan Karakterisasinya. *Jurnal Penelitian Kimia.* 15(2): 228-238.
- Rohman, A. 2014. *Spektroskopi Inframerah Kemometrika untuk Analisis Farmasi.* Yogyakarta: Pustaka Penerbit.
- Rosamah, E. 2019. *Kromatografi Lapis Tipis Metode Sederhana dalam Analisis Kimia Tumbuhan Berkayu.* Samarinda : Mulawarman University Press.
- Sanjiwani, S., M., N., Paramitha, I., A., D., Wibawa, C., A., A., Ariawan, D., M., I., Megawati, F., Dewi, T., W., N., Mariati, M., A., P., dan Sudiarsa, W., I. 2020. Pembuatan Hair Tonic Berbahan

- Dasar Lidah Buaya Dan Analisis Dengan Fourier Transform Infrared. *Jurnal Widyadari*. 21(1): 249-262.
- Sari, N., W., Fajri, M., Y., dan Anjas. 2018. Analisis Fitokimia dan Gugus Fungsi dari Ekstrak Etanol Pisang Goroho Merah (*Musa Acuminata* (L)). *Jurnal IJOB*. 2(1): 30-34.
- Septianingtyas, D., Zafira, N., Kurniadewi, F., dan Dianhar, H. 2021. *AIP Conference Proceedings 2021*; Jakarta, 02 April. Jakarta: AIP Publishing. Halaman 1-4.
- Sepvianti, W., dan Kusumaningrum, S., B., C. 2022. Sintesis dan Uji Aktivitas Antibakteri Senyawa Kalkon terhadap Bakteri Kontaminan Produk Darah Gram Negatif dan Pos. *Jurnal Akfarindo*. 7(1): 22-28.
- Shidiq, N., Rahmadani, A., Wijaya, V., dan Rijai, L. 2018. Sintesis Senyawa Turunan Flavanon dan Uji Bioaktivitas Senyawa Kalkon Sebagai Senyawa Antara dalam Sintesis Flavanon. *Mulawarman Pharmaceutical Conference*.
- Sirait, M. 2016. *Penuntun Fitokimia Dalam Farmasi*. Bandung: ITB Press.
- Sjahfirdi, L., Aldi, N., Maheshwari, H., dan Astuti, P. 2015. Aplikasi Fourier Transform Infrared (Ftir) Dan Pengamatan Pembengkakan Genital Pada Spesies Primata, Lutung Jawa (*Trachypithecus Auratus*) Untuk Mendeteksi Masa Subur. *Jurnal Kedokteran Hewan*. 9(2): 156-160.
- Subarnas, A., Dianti, A., Abdullah, R., Zuhrotun, A., Hadisaputri, E., Y., Puspitasari, M., I., Yamazaki, C., Kuwano, H., dan Koyama, H. 2015. Apoptosis induced in MCF-7 human breast cancer cells by 2',4'-dihydroxy-6-methoxy-3,5-dimethylchalcone isolated from *Eugenia aquea* Burm f. leaves. *Oncology Letters*. 9: 2303-2306.
- Suirta, I., W. 2016. Sintesis Senyawa Kalkon serta Uji Aktivitas sebagai Antioksidan. *Jurnal Kimia*. 10(1): 75-80.
- Suwito, H., Jumina, Mustofa, Kristanti, N., A., dan Puspaningsih, T., N., N. 2014. Chalcones: Synthesis, structure diversity and pharmacological aspects. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*. 6(5): 1076-1088.
- Suzana, Amalia, K., Ika, M., Ekowati, J., Rudyanto, M., Peorwono, H., dan Budiati, T. 2014. Sintesis Khalkon dan Derivatnya Menurut Reaksi Kondensasi Claisen Schmidt dengan Iradiasi Gelombang Mikro. *Jurnal Farmasi dan Ilmu Kefarmasian Indonesia*. 1(1): 20-27.

- Syahri, J., Yuanita, E., Nurohmah, A., B., Armunanto, R., dan Purwono, B. 2017. Chalcone analogue as potent anti-malarial compounds against *Plasmodium falciparum*: Synthesis, biological evaluation, and docking simulation study. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*. 8: 675-679.
- Theodora, C., T., Gunawan, G., I., W., dan Swantara, D., M., I. 2019. Isolasi Dan Identifikasi Golongan Flavonoid Pada Ekstrak Etil Asetat Daun Gedi (*Abelmoschus Manihot L.*). *Jurnal Kimia*. 13(2): 131-138.
- Wulandari, L. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember : PT. Taman Kampus Presindo.
- Wijayanti, L., W., Swasono, R., T., Lee, W., and Jumina, J. 2021. Synthesis and Evaluation of Chalcone Derivatives as Novel Sunscreen Agent. *Molecules*.
- Wunga, H., W., dan Arty, I., S. 2017. Optimasi Waktu Pengadukan Sintesis Senyawa Kalkon dari 4-Bromoasetofenon dan Vanilin dalam Suasana Basa. *Jurnal Kimia Dasar*. Volume 6, Nomor 3: 83-89.
- Yanlinastuti dan Fatimah, S. 2016. Pengaruh Konsentrasi Pelarut untuk Menentukan Kadar Zirkonium dalam Paduan U-Zr dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri Uv-Vis. 9(17): 22-33.